

SINTESIS DAN PENCIRIAN KEPINGAN NANO  
RENIUM DISULFIDA ( $\text{ReS}_2$ ) UNTUK APLIKASI  
PENGESANAN FOTO INFRAMERAH DEKAT

MUHAMMAD FARIS MUSAWWI BIN RUSLAN

UNIVERSITI KEBANGSAAN MALAYSIA



SINTESIS DAN PENCIRIAN KEPINGAN NANO RENIUM DISULFIDA ( $\text{ReS}_2$ )  
UNTUK APLIKASI PENGESANAN FOTO INFRAMERAH DEKAT

MUHAMMAD FARIS MUSAWWI BIN RUSLAN

TESIS YANG DIKEMUKAKAN UNTUK MEMPEROLEH  
IJAZAH SARJANA

INSTITUT KEJURUTERAAN MIKRO DAN NANOELEKTRONIK  
UNIVERSITI KEBANGSAAN MALAYSIA  
BANGI

2026

|                                                                                                                                                                                   |                                                                                                                                                              |                        |                                          |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|------------------------------------------|
|  <b>UNIVERSITI<br/>KEBANGSAAN<br/>MALAYSIA</b><br><i>The National University<br/>of Malaysia</i> | <b>UKM-SPKPPP-PT(PdP)-05-AK04-BO07</b>                                                                                                                       | <b>No. Semakan: 02</b> | <b>Tarikh Kuat Kuasa:<br/>27/01/2026</b> |
|                                                                                                                                                                                   | <b>BORANG DAN SENARAI SEMAK PENYERAHAN TESIS/DISERTASI<br/>SELEPAS PEMBETULAN</b><br><b>FORM AND CHECKLIST OF AMENDED THESIS/DISSERTATION<br/>SUBMISSION</b> |                        |                                          |

**SENARAI SEMAK PENYERAHAN TESIS/ DISERTASI SELEPAS PEMBETULAN**

| Bil.<br>No | Perkara / Items                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 | Senarai Semak<br>(√)<br>Check List |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|
| 1.         | Mematuhi Panduan Menulis Tesis Gaya UKM<br>(Sila layari <a href="https://www.ukm.my/akademik/pelajar-pascasiswazah/">https://www.ukm.my/akademik/pelajar-pascasiswazah/</a> )<br><i>Comply with the UKM Style Guide.</i><br>(Please visit <a href="https://www.ukm.my/akademik/pelajar-pascasiswazah/">https://www.ukm.my/akademik/pelajar-pascasiswazah/</a> ) | √                                  |
| 2.         | Borang Perakuan Tesis / Disertasi Sarjana / Doktor Falsafah dimasukkan bersama tesis akhir dalam bentuk salinan lembut<br><i>Insert the Certification of Master's/ Doctoral Thesis/ Dissertation with the final thesis/dissertation in soft copy form.</i>                                                                                                      | √                                  |
| 3.         | Menyerahkan salinan tesis / disertasi versi akhir (salinan lembut) kepada Fakulti / Institut dan Perpustakaan mengikut keperluan masing-masing<br><i>Submit the final version of the thesis/ dissertation (soft copy) to the Faculty/Institute and Library according to their respective requirements.</i>                                                      | √                                  |
| 4.         | Menyerahkan salinan tesis / disertasi versi akhir kepada semua penyelia<br><i>Submit a copy of the final version of the thesis/ dissertation to all supervisors.</i>                                                                                                                                                                                            | √                                  |
| 5.         | Menyerahkan salinan syarat penerbitan<br><i>Submit the proof of publication requirements.</i>                                                                                                                                                                                                                                                                   | √                                  |

|                                                                                   |                                                                                                                                                        |                 |                                  |
|-----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|----------------------------------|
|  | UKM-SPKPPP-PT(PdP)-05-AK04-BO07                                                                                                                        | No. Semakan: 02 | Tarikh Kuat Kuasa:<br>27/01/2026 |
|                                                                                   | <b>BORANG DAN SENARAI SEMAK PENYERAHAN TESIS/DISERTASI<br/>SELEPAS PEMBETULAN<br/>FORM AND CHECKLIST OF AMENDED THESIS/DISSERTATION<br/>SUBMISSION</b> |                 |                                  |

**BORANG PENYERAHAN TESIS/DISERTASI YANG TELAH DIBUAT PEMBETULAN  
AMENDED THESIS/ DISSERTATION SUBMISSION**

| <b>A. MAKLUMAT PELAJAR (STUDENT DETAILS)</b>                                                                        |                                                                       |                                                                                       |  |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|--|
| Nama<br>Name                                                                                                        | MUHAMMAD FARIS MUSAWWI BIN RUSLAN                                     |                                                                                       |  |
| No. Pendaftaran<br>Registration No.                                                                                 | P125395                                                               |                                                                                       |  |
| Jabatan<br>Department                                                                                               | -                                                                     |                                                                                       |  |
| Fakulti / Institut<br>Faculty / Institute                                                                           | INSTITUT KEJURUTERAAN MIKRO DAN NANOELEKTRONIK                        |                                                                                       |  |
| Program Pengajian<br>Program of Study                                                                               | <b>Sarjana</b><br>(Master) <input type="checkbox"/> /                 | <b>Doktor Falsafah</b><br>(Doctor of Philosophy) <input type="checkbox"/>             |  |
| Alamat:<br>Address                                                                                                  | NO 11 JALAN 7/5 C<br>SEKSYEN 7 43650<br>BANDAR BARU BANGI<br>SELANGOR |                                                                                       |  |
| E-mel/ Email: p125395@siswa.ukm.edu.my                                                                              |                                                                       | No. Telefon/ Tel. No: +60 17 877 7067                                                 |  |
| <b>B. MAKLUMAT TESIS / DISERTASI (THESIS / DISSERTATION DETAILS)</b>                                                |                                                                       |                                                                                       |  |
| Tajuk Tesis/ Disertasi (Thesis / Dissertation Title):                                                               |                                                                       |                                                                                       |  |
| SINTESIS DAN PENCIRIAN KEPINGAN NANO RENIUM DISULFIDA (ReS <sub>2</sub> ) UNTUK APLIKASI PENGESANAN FOTO INFRAMERAH |                                                                       |                                                                                       |  |
| Tandatangan:<br>Signature                                                                                           |                                                                       | Tarikh: 27/07/2026<br>Date                                                            |  |
| <b>C. PERAKUAN PENYELIA DAN PEMERIKSA DALAM **<br/>(APPROVAL FROM SUPERVISORS AND INTERNAL EXAMINER) **</b>         |                                                                       |                                                                                       |  |
| Nama: Dr. Abdul Rahman Bin Mohmad<br>Name                                                                           |                                                                       | Tandatangan:<br>Signature                                                             |  |
| (Penyelia Utama/Pengerusi Jawatankuasa Penyelidikan)                                                                |                                                                       |  |  |

|                                                                                   |                                                                                                                                                        |                 |                                  |
|-----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|----------------------------------|
|  | UKM-SPKPPP-PT(PdP)-05-AK04-BO07                                                                                                                        | No. Semakan: 02 | Tarikh Kuat Kuasa:<br>27/01/2026 |
|                                                                                   | <b>BORANG DAN SENARAI SEMAK PENYERAHAN TESIS/DISERTASI<br/>SELEPAS PEMBETULAN<br/>FORM AND CHECKLIST OF AMENDED THESIS/DISSERTATION<br/>SUBMISSION</b> |                 |                                  |

|                                                                                                                                                                                                                                                                                             |                                                                                                               |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (Main Supervisor/ Chairperson of The Supervisory Committee)                                                                                                                                                                                                                                 |                                                                                                               |
| Nama/Name:<br><br>(Penyelia Bersama / Ahli Jawatankuasa Penyeliaan)<br>(Co-Supervisor/ <del>Member of Supervisory Committee</del> )                                                                                                                                                         | Tandatangan:<br>Signature                                                                                     |
| Nama/Name:<br><br>(Ahli Jawatankuasa Penyeliaan / Member of Supervisory Committee)                                                                                                                                                                                                          | Tandatangan:<br>Signature                                                                                     |
| Nama/Name: <b>Dilla Duryha Binti Berhanuddin</b><br><br>(Pemeriksa Dalam / Internal Examiner)                                                                                                                                                                                               | Tandatangan:<br>Signature  |
| **Potong yang tidak berkenaan / Delete where not appropriate                                                                                                                                                                                                                                |                                                                                                               |
| <b>D. PENGESAHAN FORMAT TESIS/DISERTASI / CONFIRMATION OF THESIS/DISSERTATION FORMAT COMPLIANCE</b>                                                                                                                                                                                         |                                                                                                               |
| Disahkan bahawa format tesis/disertasi adalah mengikut Gaya UKM dan calon dibenarkan menyerahkan tesis/disertasi dalam bentuk salinan lembut.<br>This is to confirm that the thesis/dissertation format complies with the UKM Style Guide and is approved for submission in soft copy form. |                                                                                                               |
| Tandatangan:<br><br><br>(Penyelia Utama / <del>Pengerusi Jawatankuasa Penyeliaan</del> )<br>(Main Supervisor/ <del>Chairperson of The Supervisory Committee</del> )                                                                                                                         | Tarikh:<br>Date                                                                                               |
| <b>E. PERAKUAN KETUA JABATAN / KETUA PROGRAM / PENERUSI PUSAT PENGAJIAN<br/>APPROVAL FROM HEAD OF DEPARTMENT / HEAD OF PROGRAM / SCHOOL CHAIRPERSON</b>                                                                                                                                     |                                                                                                               |
| Tandatangan:<br>Signature                                                                                                                                                                                                                                                                   | Tarikh:<br>Date                                                                                               |
| Nama dan Cap Rasmi:<br>Name and Official Stamp                                                                                                                                                                                                                                              |                                                                                                               |

|                                                                                   |                                                                                                                                                        |                 |                                  |
|-----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|----------------------------------|
|  | UKM-SPKPPP-PT(PdP)-05-AK04-BO07                                                                                                                        | No. Semakan: 02 | Tarikh Kuat Kuasa:<br>27/01/2026 |
|                                                                                   | <b>BORANG DAN SENARAI SEMAK PENYERAHAN TESIS/DISERTASI<br/>SELEPAS PEMBETULAN<br/>FORM AND CHECKLIST OF AMENDED THESIS/DISSERTATION<br/>SUBMISSION</b> |                 |                                  |

| F. KELULUSAN DEKAN/PENGARAH / APPROVAL FROM DEAN/DIRECTOR                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                  |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------|
| Tandatangan:<br><i>Signature</i>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                                                                                                                     | Tarikh:<br><i>Date</i>                                                                                                                                                                                                                                                                                |                  |
| Nama dan Cap Rasmi:<br><i>Name and Official Stamp</i>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                  |
| G. PERAKUAN TESIS/ DISERTASI SARJANA / DOKTOR FALSAFAH<br>(CERTIFICATION OF MASTER'S / DOCTORAL THESIS / DISSERTATION)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                  |
| Nama penuh pengarang<br>(Author's Full Name)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | MUHAMMAD FARIS MUSAWWI BIN RUSLAN                                                                                   |                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                  |
| No. Pendaftaran Pelajar<br>(Student's Registration No.)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | P125395                                                                                                             | Sesi Akademik<br>(Academic Session)                                                                                                                                                                                                                                                                   | SEM 2 SESI 25/26 |
| Tajuk Tesis / Disertasi<br>(Thesis / Dissertation Title)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | SINTESIS DAN PENCIRIAN KEPINGAN NANO RENIUM DISULFIDA (ReS <sub>2</sub> ) UNTUK APLIKASI PENGESANAN FOTO INFRAMERAH |                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                  |
| <p>Semua tesis/disertasi dan penerbitan berkaitan hasil penyelidikan pelajar adalah tertakluk kepada Dasar Harta Intelek Universiti Kebangsaan Malaysia.<br/><i>All theses/ dissertations and publications relating to the research work of a student are subject to the Intellectual Property Policy of Universiti Kebangsaan Malaysia.</i></p> <p>Saya mengaku bahawa tahap akses tesis/disertasi ini sebagai (*Tandakan ✓ dalam kotak bagi maklumat yang berkaitan; tandakan satu (1) kotak di bawah sahaja):<br/><i>I hereby declare the level of access for this thesis/dissertation as follows (tick ✓ the relevant box below; tick only one option).</i></p> |                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                  |
| Pilihan Tahap Akses<br><i>Access Level Selection</i>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |                                                                                                                     | Tafsiran Tahap Akses Tesis/Disertasi<br><i>Definition of Thesis/Dissertation Access Level</i>                                                                                                                                                                                                         |                  |
| <input type="checkbox"/>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | <b>RAHSIA<br/>(CONFIDENTIAL)</b>                                                                                    | Mengandungi maklumat rahsia sepertimana yang diperuntukan bawah Akta Rahsia Rasmi 1972.<br><i>Contains classified information as stipulated under the Official Secrets Act 1972.</i>                                                                                                                  |                  |
| <input type="checkbox"/>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | <b>TERHAD<br/>(RESTRICTED)</b>                                                                                      | Mengandungi maklumat yang hanya boleh diakses oleh pihak yang mempunyai kebenaran atau keperluan tertentu untuk mengetahuinya yang ditentukan oleh organisasi/ badan di mana penyelidikan dijalankan.<br><i>Contains information that may only be accessed by parties with specific authorization</i> |                  |

|                                                                                                                                                                                   |                                                                                                                                                              |                        |                                          |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|------------------------------------------|
|  <b>UNIVERSITI<br/>KEBANGSAAN<br/>MALAYSIA</b><br><i>The National University<br/>of Malaysia</i> | <b>UKM-SPKPPP-PT(PdP)-05-AK04-BO07</b>                                                                                                                       | <b>No. Semakan: 02</b> | <b>Tarikh Kuat Kuasa:<br/>27/01/2026</b> |
|                                                                                                                                                                                   | <b>BORANG DAN SENARAI SEMAK PENYERAHAN TESIS/DISERTASI<br/>SELEPAS PEMBETULAN</b><br><b>FORM AND CHECKLIST OF AMENDED THESIS/DISSERTATION<br/>SUBMISSION</b> |                        |                                          |

|                                     |                                        |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |
|-------------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                     |                                        | <i>or a defined need to know, as determined by the organization or body where the research is conducted.</i>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| <input checked="" type="checkbox"/> | <b>AKSES TERBUKA<br/>(OPEN ACCESS)</b> | <p>Tesis/disertasi versi akhir dalam format PDF yang boleh diakses secara percuma secara dalam talian dan bebas dari isu hak cipta dan pelesenan<br/> <i>The final version of the thesis/dissertation in PDF format that is freely accessible online and free from copyright and licensing issues.</i></p> <p>Kementerian Pendidikan Tinggi melalui surat bertarikh 27 Mac 2025 memutuskan bahawa kebenaran akses tesis / disertasi dalam borang serahan akses terbuka ditentukan oleh penyelia (bukan pelajar).<br/> <i>The Ministry of Higher Education, through a letter dated 27 March 2025, has decided that permission for thesis / dissertation access in the open access submission form shall be determined by the supervisor (not the student).</i></p> |
| <input type="checkbox"/>            | <b>EMBARGO</b>                         | <p>Tempoh masa di mana akses kepada tesis/disertasi disekat (ditutup) selama dua (2) tahun atas sebab-sebab tertentu sebagai contoh kerahsiaan atau hak cipta. Tesis/disertasi akan berstatus akses terbuka selepas tamat tempoh embargo.<br/> <i>The period during which access to the thesis/dissertation is restricted for two (2) years due to specific reasons, such as confidentiality or copyright. The thesis/dissertation will be granted open-access status upon the expiry of the embargo period.</i></p>                                                                                                                                                                                                                                              |

| <b>PENGESAHAN PELAJAR (STUDENT VERIFICATION)</b>                                                                                                                                               | <b>PENGESAHAN PENYELIA (SUPERVISOR VERIFICATION)</b>                                                                                                                                                              |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <br><b>TANDATANGAN PELAJAR<br/>(STUDENT'S SIGNATURE)</b>                                                    | <br><b>TANDATANGAN PENYELIA / Pengerusi JK SISWAZAH<br/>(SUPERVISOR'S / CHAIRPERSON SUPERVISION<br/>COMMITTEE SIGNATURE)</b> |
| Nama Pelajar (Student name): <b>MUHAMMAD FARIS MUSAWWI<br/>BIN RUSLAN</b><br>No. Pendaftaran Pelajar<br>(Student's Registration No.) <b>P125395</b><br><br>Tarikh: <b>22/07/2026</b><br>(Date) | Nama Penyelia /<br>Pengerusi JK Siswazah : <b>Dr. Abdul Rahman Bin Mohmad</b><br>(Supervisor's / Chairperson<br>Supervision Committee<br>Name)<br><br>Tarikh: <b>23/07/2026</b><br>(Date)                         |

**PENGAKUAN**

Saya akui karya ini adalah hasil kerja saya sendiri kecuali nukilan dan ringkasan yang tiap-tiap satunya telah saya jelaskan sumbernya.

26 Julai 2026

MUHAMMAD FARIS  
MUSAWWI BIN RUSLAN  
P125395

## PENGHARGAAN

Alhamdulillah, bersyukur kehadiran ilahi dengan limpah kurniaNya saya dapat menyempurnakan tesis saya dengan hasil titik peluh dan perjuangan yang tidak terkata. Ucapan jutaan terima kasih kepada penyelia utama saya, Dr. Abdul Rahman bin Mohmad atas dorongan dan sokongan ke atas saya dalam menyelesaikan segala perkara yang berkaitan dengan tesis ini. Segala ilmu yang telah dicurahkan kepada saya amat saya hargai dan akan saya gunakan untuk berbakti balik kepada masyarakat dan dunia. Terima kasih juga kepada penyelia bersama saya, Prof. Madya Dr. P. Susthitha Menon atas nasihat dan tunjuk ajar.

Setinggi-tinggi penghargaan dan ucapan terima kasih saya rakamkan kepada Kementerian Pendidikan Tinggi (KPT) atas pembiayaan penuh sepanjang tempoh pengajian dan penyelidikan saya di Universiti Kebangsaan Malaysia (UKM). Sokongan kewangan yang diberikan amat bermakna dan telah membolehkan saya menumpukan sepenuh perhatian terhadap penyelidikan serta menyiapkan pengajian ini dengan jayanya.

Terima kasih khas ditujukan kepada pihak pengurusan IMEN kerana memudahkan segala urusan akademik sepanjang tiga tahun pengajian. Jasa kamu semua amat saya hargai. Kepada staf-staf C-Lab yang masih berada di IMEN ataupun tidak, Pn. Nisha, En. Saiful, terima kasih atas pertolongan yang diberi sepanjang saya melaksanakan kerja-kerja eksperimen sepanjang pengajian. Tidak dilupakan juga kepada senior-senior saya, Hilmi dan Syahirah atas tunjuk ajar mereka dalam memulakan perjalanan saya ke arah ijazah sarjana.

Kepada rakan-rakan seperjuangan saya, khususnya daripada Persatuan Siswazah IMEN (PERSIM) iaitu Rohar, Akmal, Arash, Nasuha dan rakan-rakan yang lain, saya merakamkan setinggi-tinggi penghargaan atas kerjasama yang telah diberikan dalam menjayakan program Hari Keluarga IMEN walaupun dalam masa yang terhad.

Akhir sekali, ucapan terima kasih tidak terhingga untuk ibu bapa saya, Fezah Binti Mohd. Sharif dan Ruslan bin Khamis atas dorongan dan nasihat yang tidak putus. Terima kasih menjadi punca semangat untuk meneruskan perjuangan saya dalam menjalani pengajian Master ini. Kepada tunang saya, Nur Ariena Hanis binti Mohd. Nor, terima kasih luangkan masa sarjana awak bersama saya. Semoga kita dapat melangkah ke pentas konvokesyen bersama.

## ABSTRAK

Renium disulfida ( $\text{ReS}_2$ ) ialah bahan dua dimensi yang mempunyai simetri rendah dalam keluarga logam peralihan dikalkogenida. Bahan ini semakin mendapat perhatian kerana mempunyai jurang jalur terus pada semua ketebalan, gandingan antara lapisan yang lemah, serta anisotropi dalam satah yang kuat. Sifat-sifat ini menjadikan  $\text{ReS}_2$  calon yang sesuai untuk aplikasi optoelektronik dan pengesanan cahaya inframerah-dekat untuk aplikasi peranti pengesan foto terkehadapan. Kajian ini meneliti kesan keadaan pertumbuhan melalui pemendapan wap kimia, khususnya suhu substrat dan jarak antara pelopor dan substrat, terhadap morfologi, kualiti kristal, dan keseragaman kepingan  $\text{ReS}_2$ . Penilaian sistematik dijalankan untuk memahami bagaimana aliran wap dan variasi suhu setempat mempengaruhi saiz, ketebalan, serta bentuk kepingan yang dihasilkan. Kepingan  $\text{ReS}_2$  yang disintesis dianalisis menggunakan spektroskopi Raman, spektroskopi UV-Vis, mikroskop elektron imbasan pancaran medan, mikroskop daya atom, mikroskop elektron transmisi, dan pembelauan elektron kawasan terpilih. Spektroskopi Raman mengesahkan kehadiran mod getaran  $A_g$  yang menjadi ciri  $\text{ReS}_2$ , manakala spektroskopi fotoelektron sinar-X (XPS) mengesahkan nisbah stoikiometri 1:2 bagi Re kepada S. Mikroskopi daya atom (AFM) mengesahkan ketebalan kepingan adalah sekitar 3.1 nm. Mikroskop elektron transmisi menunjukkan jalur kisi yang jelas dengan jarak antara satah sekitar 0.32 nm yang sepadan dengan rantai Re-Re sepanjang arah [010]. Jurang jalur optik ditentukan daripada data pantulan sebaran UV-Vis yang ditukar menggunakan kaedah Kubelka-Munk dan dianalisis menggunakan pendekatan Tauc. Jurang jalur yang diperolehi ialah 1.57 eV, selaras dengan nilai yang dilaporkan dalam kajian terdahulu. Bagi menilai prestasi peranti, struktur fotopengesan berasaskan  $\text{ReS}_2$  difabrikasi dan ciri arus-voltan diukur dalam keadaan gelap serta di bawah pencahayaan. Apabila disinarkan dengan laser biru dengan gelombang berterusan yang mempunyai panjang gelombang 450 nm dan ketumpatan kuasa 36 mW/cm<sup>2</sup>, peranti menunjukkan peningkatan arus yang ketara daripada 27 nA dalam keadaan gelap kepada 55 nA pada voltan yang sama. Peningkatan ini menunjukkan penghasilan dan pemisahan pasangan elektron-lohonyang berkesan dalam saluran  $\text{ReS}_2$ , yang seterusnya menyumbang kepada arus foto yang diperhatikan. Secara keseluruhan, kajian ini memberikan kefahaman yang menyeluruh tentang bagaimana keadaan pertumbuhan mempengaruhi sifat struktur dan optik  $\text{ReS}_2$ , serta membuktikan bahawa sintesis yang terkawal dapat menghasilkan bahan yang sesuai untuk aplikasi optoelektronik dan pengesanan cahaya inframerah dekat.

## SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF RHENIUM DISULFIDE (ReS<sub>2</sub>) NANOFLAKES

### ABSTRACT

Rhenium disulfide (ReS<sub>2</sub>) is a low-symmetry two-dimensional transition metal dichalcogenide that has attracted increasing interest due to its direct band gap at all thicknesses, weak interlayer coupling, and strong in-plane anisotropy. These properties make it an excellent candidate for next-generation optoelectronic and near-infrared photodetector applications. This study investigates how chemical vapor deposition growth conditions, specifically the substrate temperature and the distance between the precursors and the substrate, influence the morphology, crystal quality, and uniformity of ReS<sub>2</sub> flakes. A systematic evaluation was carried out to understand how vapor flow and local temperature variations affect the size, thickness, and overall shape of the resulting flakes. The synthesized ReS<sub>2</sub> flakes were analyzed using Raman spectroscopy, UV-Vis spectroscopy, field emission scanning electron microscopy, atomic force microscopy, transmission electron microscopy, and selected area electron diffraction. Raman measurements verified the characteristic A<sub>g</sub> vibrational modes of ReS<sub>2</sub>, while X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) confirmed a stoichiometric ratio of 1:2 for Re to S. Atomic force microscopy (AFM) confirmed a flake thickness of approximately 3.1 nm. Transmission electron microscopy revealed clear lattice fringes with an interplanar spacing of about 0.32 nm, which corresponds to the Re-Re chain along the [010] direction. The band gap was determined using diffuse reflectance UV-Vis data that were converted using the Kubelka Munk method and fitted using the Tauc relation. The extracted band gap of 1.57 eV is in agreement with values reported in the literature. To evaluate device performance, ReS<sub>2</sub>-based photodetector devices were fabricated and their current-voltage characteristics were recorded in dark and under illumination. When exposed to a continuous wave blue laser with a wavelength of 450 nm and a power density of 36 mW/cm<sup>2</sup>, the device showed a significant increase in current from 27 nA in dark to 55 nA at the same applied voltage. This increase indicates efficient generation and separation of electron-hole pairs within the ReS<sub>2</sub> channel, which contributes to the measured photocurrent. Overall, this work provides a detailed understanding of how growth conditions influence the structural and optical qualities of ReS<sub>2</sub>, and demonstrates that controlled synthesis can produce material suitable for optoelectronic and near infrared photodetector applications.

## KANDUNGAN

|                          | Halaman                                                |
|--------------------------|--------------------------------------------------------|
| <b>PENGAKUAN</b>         | <b>ii</b>                                              |
| <b>PENGHARGAAN</b>       | <b>iii</b>                                             |
| <b>ABSTRAK</b>           | <b>iv</b>                                              |
| <b>ABSTRACT</b>          | <b>v</b>                                               |
| <b>KANDUNGAN</b>         | <b>vi</b>                                              |
| <b>SENARAI JADUAL</b>    | <b>ix</b>                                              |
| <b>SENARAI ILUSTRASI</b> | <b>x</b>                                               |
| <b>SENARAI SIMBOL</b>    | <b>xv</b>                                              |
| <b>SENARAI SINGKATAN</b> | <b>xvi</b>                                             |
| <br>                     |                                                        |
| <b>BAB I</b>             | <b>PENGENALAN</b>                                      |
| 1.1                      | Pendahuluan 1                                          |
| 1.2                      | Penyataan Masalah 2                                    |
| 1.3                      | Objektif Kajian 3                                      |
| 1.4                      | Skop Kajian 3                                          |
| 1.5                      | Had Kajian 3                                           |
| 1.6                      | Kerangka Tesis 4                                       |
| <br>                     |                                                        |
| <b>BAB II</b>            | <b>KAJIAN LITERATUR</b>                                |
| 2.1                      | Bahan Dua Dimensi (2D) 7                               |
|                          | 2.1.1 Pengenalan kepada Bahan 2D 7                     |
|                          | 2.1.2 Logam Peralihan Dwikalkogen (TMDs) 9             |
|                          | 2.1.3 Jurang Jalur 11                                  |
| 2.2                      | Renium Disulfida ( $\text{ReS}_2$ ) 13                 |
|                          | 2.2.1 Struktur Hablur $\text{ReS}_2$ 13                |
|                          | 2.2.2 Mod Getaran dan Struktur Jalur $\text{ReS}_2$ 14 |
|                          | 2.2.3 Sifat Elektrikal 18                              |
| 2.3                      | Kaedah Sintesis $\text{ReS}_2$ 20                      |
|                          | 2.3.1 Pengelupasan Mekanikal 21                        |
|                          | 2.3.2 Pengelupasan Fasa Cecair 23                      |
|                          | 2.3.3 Pemendapan Wap Fizikal (PVD) 24                  |
|                          | 2.3.4 Pengangkutan Wap Kimia (CVT) 29                  |
|                          | 2.3.5 Pemendapan Wap Kimia (CVD) 32                    |

|     |                                                                   |    |
|-----|-------------------------------------------------------------------|----|
| 2.4 | Peranti Berasaskan ReS <sub>2</sub> untuk aplikasi fotopengesanan | 36 |
|-----|-------------------------------------------------------------------|----|

### **BAB III                      METODOLOGI PENYELIDIKAN**

|       |                                                                                        |    |
|-------|----------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.1   | Pengenalan                                                                             | 39 |
| 3.2   | Carta Alir                                                                             | 39 |
| 3.3   | Bahan Kimia dan Instrumentasi                                                          | 41 |
| 3.4   | Sintesis ReS <sub>2</sub> menggunakan CVD                                              | 42 |
| 3.4.1 | Penentuan Suhu Relau                                                                   | 42 |
| 3.4.2 | Proses Sintesis CVD Zon Tunggal                                                        | 44 |
| 3.5   | Teknik Pencirian                                                                       | 47 |
| 3.5.1 | Mikroskop Optik (OM)                                                                   | 47 |
| 3.5.2 | Spektroskopi Raman                                                                     | 48 |
| 3.5.3 | Mikroskopi Elektron Imbasan Pancaran Medan (FESEM) dengan Spektroskopi Sinar-X         |    |
|       | Penyebaran Tenaga (EDS)                                                                | 50 |
| 3.5.4 | Mikroskopi Elektron Penghantaran (TEM) dan Pembelauan Elektron Kawasan Terpilih (SAED) | 51 |
| 3.5.5 | Mikroskopi Daya Atom (AFM)                                                             | 53 |
| 3.5.6 | Spektroskopi Fotoelektron Sinar-X (XPS)                                                | 54 |
| 3.5.7 | Spektroskopi Ultra-Ungu Kelihatan (UV-Vis)                                             | 56 |
| 3.5.8 | Pengukuran Keupayaan Fotopengesan                                                      | 57 |

### **BAB IV                      SINTESIS DAN PENCIRIAN KEPINGAN ReS<sub>2</sub> KOMERSIAL**

|     |                                               |    |
|-----|-----------------------------------------------|----|
| 4.1 | Pengenalan                                    | 62 |
| 4.2 | Pengelupasan Mekanikal                        | 62 |
| 4.3 | Pencirian Kepingan ReS <sub>2</sub> Komersial | 63 |

### **BAB V                      SINTESIS DAN PERINCIAN KEPINGAN NANO ReS<sub>2</sub> YANG DIHASILKAN MENGGUNAKAN TEKNIK CVD**

|       |                                                      |    |
|-------|------------------------------------------------------|----|
| 5.1   | Pengenalan                                           | 66 |
| 5.2   | Keterangan Sampel                                    | 66 |
| 5.3   | Kesan Suhu Substrat dan Jarak Substrat-Bahan Pelopor | 67 |
| 5.3.1 | Morfologi dan Mekanisme Pertumbuhan                  | 67 |
| 5.3.2 | Analisa Spektrum Raman                               | 72 |
| 5.3.3 | Sifat Kimia                                          | 74 |
| 5.3.4 | Struktur Hablur                                      | 77 |
| 5.3.5 | Sifat Optik                                          | 79 |
| 5.4   | Keupayaan Fotorespon                                 | 80 |

|                |                          |           |
|----------------|--------------------------|-----------|
| <b>BAB VI</b>  | <b>RUMUSAN</b>           |           |
| 6.1            | Pengenalan               | 82        |
| 6.2            | Kesimpulan               | 82        |
| 6.3            | Cadangan Kajian Lanjutan | 83        |
| <b>RUJUKAN</b> |                          | <b>84</b> |
| Lampiran A     | Senarai Penerbitan       | 94        |



## SENARAI JADUAL

| No. Jadual |                                                                                                             | Halaman |
|------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| Jadual 2.1 | Sifat elektronik bahan 2D                                                                                   | 13      |
| Jadual 2.2 | Ringkasan kombinasi parameter pertumbuhan yang mempengaruhi pembentukan morfologi bahan 2D dalam proses CVD | 36      |
| Jadual 2.3 | Ringkasan prestasi elektrik fotopengesan berasaskan ReS <sub>2</sub> yang dilaporkan dalam literatur.       | 38      |
| Jadual 3.1 | Senarai substrat dan bahan kimia                                                                            | 41      |
| Jadual 3.2 | Senarai instrumen dan peralatan                                                                             | 42      |
| Jadual 5.1 | Ringkasan sampel dan parameter pertumbuhan yang digunakan dalam kajian ini                                  | 67      |

## SENARAI ILUSTRASI

| No. Rajah  |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | Halaman |
|------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| Rajah 2.1  | Pengelasan pelbagai jenis bahan 2D mengikut kategori.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 8       |
| Rajah 2.2  | Komposisi unsur semikonduktor berlapis bukan organik. Garisan kotak berwarna biru meliputi logam peralihan daripada kumpulan 3 hingga 12. Kotak elemen yang diwarnakan biru penuh ialah logam peralihan (dalam bentuk kalkogenidanya) yang telah ditemui mempunyai sifat semikonduktor. Kotak elemen yang diwarnakan oren penuh ialah elemen kalkogen.                                                                                 | 9       |
| Rajah 2.3  | Struktur atom TMD dengan fasa berbeza.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 | 10      |
| Rajah 2.4  | (a) Pengelasan bahan berdasarkan jurang jalur. (b) Skematik menunjukkan jurang jalur langsung dan tidak langsung                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 12      |
| Rajah 2.5  | Struktur hablur $\text{ReS}_2$ dengan fasa $1T'$ yang mempunyai rantaian Re-Re pada arah paksi b $[010]$ dan paksi a $[100]$ yang merentasi rantaian Re-Re. Gambar sebelah kanan merupakan dari sisi atas                                                                                                                                                                                                                              | 14      |
| Rajah 2.6  | Spektrum Raman $\text{ReS}_2$ pukal (atas) dan $\text{ReS}_2$ beberapa lapisan (bawah). Anak panah menunjukkan lokasi 18 mod aktif Raman.                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 15      |
| Rajah 2.7  | (a) Struktur kristal $\text{ReS}_2$ yang menunjukkan atom Re (biru) dan atom S (kuning). Sel unit ditakrifkan oleh vektor kekisi a, b dan c. Rantaian atom Re tersusun sepanjang arah a dalam satah, manakala vektor b membentuk sudut kira-kira $120^\circ$ terhadap arah tersebut. (b) Zon Brillouin pertama bagi struktur kristal $\text{ReS}_2$ dalam ruang salingan yang ditakrifkan oleh vektor kekisi $a^*$ , $b^*$ dan $c^*$ . | 16      |
| Rajah 2.8  | Struktur jalur $\text{ReS}_2$ dengan bilangan lapisan berbeza yang dikira menggunakan kaedah <i>ab initio</i>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 17      |
| Rajah 2.9  | Profil ketinggian AFM dan imej (a) kepingan nano $\parallel$ b dan (b) kepingan nano $\perp$ b. (c) Spektrum Raman kepingan $\text{ReS}_2$ juga menunjukkan kesan polarisasi. (d) lengkung I-V kepingan $\text{ReS}_2$ $\parallel$ b dan $\perp$ b.                                                                                                                                                                                    | 19      |
| Rajah 2.10 | (a) Skematik fototransistor heterostruktur $\text{ReS}_2/\text{hBN}$ beberapa lapisan. (b) Imej mikroskop optik peranti yang diuji. Skala bar ialah $10 \mu\text{m}$ . Kebergantungan fotoresponsiviti pada (c) $V_{\text{ds}}$ dan (d) kuasa insiden. Perbandingan dengan bahan 2D lain ( $\text{MoS}_2$ monolapisan, GaTe, grafin) juga ditunjukkan.                                                                                 | 20      |
| Rajah 2.11 | Kaedah sintesis dan fabrikasi 2D $\text{ReS}_2$ yang terdiri daripada dua pendekatan iaitu “top-down” dan “bottom-up”                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 21      |

|            |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |    |
|------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Rajah 2.12 | (a) Langkah pengelupasan mengikut turutan serta kepingan (b) $\text{ReSe}_2$ dan (c) $\text{ReS}_2$ selepas dikelupas secara mekanikal                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | 22 |
| Rajah 2.13 | Imej mikroskop elektron kepingan $\text{ReS}_2$ yang dikelupas secara (a) sonikasi dan (b) Interkalasi litium.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | 24 |
| Rajah 2.14 | Prinsip Kerja PLD                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 26 |
| Rajah 2.15 | (a)-(c)Imej TEM medan cerah keratan rentas pada pembesaran rendah bagi filem $\text{ReS}_2$ yang ditumbuhkan di atas templat $\text{MoS}_2$ pada tiga suhu berbeza: 150, 250 dan 400 °C. (d)-(f) Imej HRTEM diperoleh daripada tiga filem berbeza.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 27 |
| Rajah 2.16 | Prinsip Kerja Pemendapan Wap Fizikal                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 28 |
| Rajah 2.17 | (a-c) Imej SEM untuk sampel $\text{ReS}_2$ yang ditumbuh pada suhu bilik, 200 dan 400 °C dengan masa pemendapan 30 minit. (d) Fotografi asal wafer Si yang telah dimendapkan $\text{ReS}_2$ . (e) Mikrograf TEM lapisan $\text{ReS}_2$ menegak, menunjukkan lima lapisan bertindih dengan lebar 0.61 nm. (f) Rajah fasa parametrik pertumbuhan $\text{ReS}_2$ pada kuasa pemendapan RF yang tetap, di mana anak panah menunjukkan bahawa peralihan dari filem nipis ke lapisan menegak adalah mungkin secara in situ dan ia boleh digunakan untuk kejuruteraan skala nano dengan memvariasikan suhu substrat. | 29 |
| Rajah 2.18 | Skema eksperimen CVT untuk penghabluran pepejal dalam kecerunan suhu                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 30 |
| Rajah 2.19 | Lengkung (a) TG, (b) DTG (c) dan (DTA) bagi hablur tunggal $\text{ReS}_2$ . (d) Imej optikal, (e) Imej FESEM dan (f) corak SAED bagi kristal $\text{ReS}_2$ yang ditumbuhkan menggunakan kaedah CVT                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 31 |
| Rajah 2.20 | Prinsip Kerja Pemendapan Wap Kimia                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 32 |
| Rajah 2.21 | (a) Proses-proses yang berlaku semasa pertumbuhan kristal menggunakan teknik CVD. Mod pertumbuhan (b)(A) lapisan demi lapisan(FvM), (B) pulau 3D (VW) dan (C) gabungan lapisan 2D dan pulau 3D (SK).                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 34 |
| Rajah 2.22 | Pelbagai morfologi $\text{ReS}_2$ : (a) berbentuk bunga, (b) Segi tiga (terpotong), (c) Heksagon, (d) menegak, (e) campuran heksagon dan platelet, (f) berbentuk bunga di atas heksagon.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | 35 |
| Rajah 3.1  | Carta alir metodologi kajian utama                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 40 |
| Rajah 3.2  | Kaedah Penentuan suhu relau                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 43 |
| Rajah 3.3  | Profil suhu di sepanjang tiub kuarza pada suhu relau 650, 750 dan 850 °C                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | 44 |

|            |                                                                                                                                                                                                                                              |    |
|------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Rajah 3.4  | Proses keseluruhan pembersihan substrat $\text{SiO}_2/\text{Si}$                                                                                                                                                                             | 45 |
| Rajah 3.5  | Skematik keratan rentas sistem CVD yang digunakan untuk mensintesis kepingan nano $\text{ReS}_2$                                                                                                                                             | 45 |
| Rajah 3.6  | Profil suhu relau (garis berwarna) dan kadar aliran gas pembawa (garis putus) yang digunakan dalam sintesis kepingan $\text{ReS}_2$ .                                                                                                        | 46 |
| Rajah 3.7  | Ilustrasi skematik mikroskop optik yang menunjukkan laluan cahaya dan konfigurasi kanta..                                                                                                                                                    | 48 |
| Rajah 3.8  | Rajah skematik sistem spektroskopi Raman yang menggambarkan pancaran laser pengujaaan, proses hamburan, dan pengesanan cahaya anjakan Raman bagi analisis mod getaran bahan.                                                                 | 49 |
| Rajah 3.9  | Ilustrasi skematik SEM yang menunjukkan pancaran elektron terfokus mengimbas permukaan sampel serta pengesanan elektron yang dipancarkan untuk menghasilkan imej permukaan.                                                                  | 51 |
| Rajah 3.10 | Skematik TEM yang menunjukkan pancaran elektron melalui sampel ultra-nipis bagi memperoleh maklumat struktur dalaman beresolusi tinggi.                                                                                                      | 52 |
| Rajah 3.11 | Proses penyediaan sampel $\text{ReS}_2$ untuk pencirian menggunakan mikroskop elektron penghantaran (TEM)                                                                                                                                    | 53 |
| Rajah 3.12 | Skematik sistem AFM yang menunjukkan interaksi antara tip dan permukaan sampel bagi memetakan topografi pada skala nano berdasarkan isyarat lenturan.                                                                                        | 54 |
| Rajah 3.13 | Ilustrasi skematik sistem spektroskopi fotoelektron sinar-X (XPS) yang menunjukkan penyingkiran fotoelektron akibat penyinaran sinar-X serta analisis tenaga untuk menentukan komposisi unsur dan keadaan kimia bahan.                       | 55 |
| Rajah 3.14 | Skematik spektrofotometer UV-Vis yang menunjukkan sumber cahaya, interaksi dengan sampel, dan pengesanan untuk mengukur penyerapan optik dalam julat panjang gelombang ultra-ungu dan tampak.                                                | 57 |
| Rajah 3.15 | (a)Skematik cip dengan elektrod platinum. Setiap pasang elektrod mempunyai panjang saluran antara 2-10 $\mu\text{m}$ . (b) Imej pembesaran bagi sepasang elektrod dengan jurang 4 $\mu\text{m}$ , seperti yang dibulatkan dalam warna merah. | 58 |
| Rajah 3.16 | Proses pemindahan kepingan $\text{ReS}_2$ ke atas cip S403A1 menggunakan gel Si: a) Langkah awal pemindahan $\text{ReS}_2$ ke atas gel Si (b) Persediaan pemindahan di mana $\text{ReS}_2$ pada gel Si                                       |    |

|            |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |    |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
|            | dijajarkan dengan elektrod pada cip menggunakan mikroskop dan pentas XYZ. (c) Proses pemindahan ReS <sub>2</sub> daripada gel Si ke atas cip S403A1.                                                                                                                                                                                                                                                            | 60 |
| Rajah 3.17 | Pengukuran fotorespons bagi peranti ReS <sub>2</sub> , menunjukkan dua prob yang menyentuh pada pad elektrod masing-masing.                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 61 |
| Rajah 4.1  | Imej AFM yang menunjukkan tiga kepingan ReS <sub>2</sub> yang berbeza, bersama-sama profil ketinggian bagi setiap kepingan.                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 63 |
| Rajah 4.2  | Spektrum Raman bagi kepingan ReS <sub>2</sub> yang diperoleh melalui kaedah pengelupasan mekanikal. Sisipan menunjukkan imej mikroskop optik bagi kepingan ReS <sub>2</sub> yang dianalisis.                                                                                                                                                                                                                    | 64 |
| Rajah 4.3  | (a) Lengkung I-V dalam keadaan gelap, cahaya lampu putih, dan cahaya laser monokromatik dengan panjang gelombang 650, 520, dan 465 nm. (b) Graf arus melawan masa yang menunjukkan tingkahlaku pensuisan foto di bawah cahaya laser 520 nm yang dibuka dan ditutup secara berkala pada bias 5 V.                                                                                                                | 65 |
| Rajah 5.1  | (a) - (e) Imej optik bagi sampel A hingga E (mengikut turutan) yang diperoleh menggunakan mikroskop optik pada pembesaran 50X (Bar skala: 30 $\mu\text{m}$ ).                                                                                                                                                                                                                                                   | 68 |
| Rajah 5.2  | Imej FESEM bagi sampel A hingga E yang ditumbuhkan di bawah pelbagai keadaan pertumbuhan. Baris atas (a)-(c) menunjukkan imej pembesaran rendah bagi sampel A-C (skala bar: 10 $\mu\text{m}$ ). Baris tengah (d)-(f) menunjukkan imej pembesaran tinggi bagi sampel A-C (skala bar: 1 $\mu\text{m}$ ). Baris bawah (g)-(h) memaparkan imej pembesaran tinggi bagi sampel D dan E (skala bar: 1 $\mu\text{m}$ ). | 69 |
| Rajah 5.3  | Model pertumbuhan ReS <sub>2</sub> yang menunjukkan (a) pengaruh kepekatan wap Re, dan (b) pengaruh suhu pertumbuhan terhadap evolusi morfologi kepingan ReS <sub>2</sub> .                                                                                                                                                                                                                                     | 71 |
| Rajah 5.4  | Spektrum Raman bagi sampel A-E dan ReS <sub>2</sub> rujukan yang dikelupas secara mekanikal.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | 72 |
| Rajah 5.5  | Frekuensi bagi puncak I dan II yang dilabelkan dalam Rajah 5.4 untuk sampel A-E (paksi-y kiri) serta perbezaan frekuensi antara puncak II dan I (paksi-y kanan).                                                                                                                                                                                                                                                | 74 |
| Rajah 5.6  | Spektrum EDS bagi (a) sampel A dan (b) sampel E yang memaparkan komposisi unsur dan peratusan atom masing-masing.                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 75 |
| Rajah 5.7  | (a) Imbasan tinjauan dan imbasan resolusi tinggi XPS bagi (b) Re 4f dan (c) S 2p.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 76 |

|            |                                                                                                                                                                                                                                                      |    |
|------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Rajah 5.8  | (a) Imej topologi AFM bagi kepingan segi tiga ReS <sub>2</sub> daripada sampel E dan (b) profil keratan rentas dan ketebalan kepingan.                                                                                                               | 77 |
| Rajah 5.9  | Imej TEM kepingan ReS <sub>2</sub> pada (a) pembesaran rendah dan (b) pembesaran tinggi. (c) Imej resolusi tinggi bagi kawasan kotak merah dalam (b). (d) Corak SAED yang menunjukkan titik pembelauan heksagon daripada kepingan ReS <sub>2</sub> . | 78 |
| Rajah 5.10 | Plot $(\alpha h\nu/s)^2$ lawan tenaga yang diperoleh dari hasil pencirian UV-Vis sampel ReS <sub>2</sub>                                                                                                                                             | 80 |
| Rajah 5.11 | Ciri I-V peranti ReS <sub>2</sub> diukur dalam gelap dan di bawah cahaya laser biru 450 nm                                                                                                                                                           | 81 |



## SENARAI SIMBOL

|                          |                                           |
|--------------------------|-------------------------------------------|
| $\text{ReS}_2$           | renium disulfida                          |
| $\text{ReO}_3$           | renium trioksida                          |
| $\text{SiO}_2/\text{Si}$ | silikon dioksida/silikon                  |
| $\text{Ar}_2$            | argon                                     |
| $\text{MoS}_2$           | molibdenum disulfida                      |
| $\text{MoSe}_2$          | molibdenum diselenida                     |
| $\text{MoTe}_2$          | molibdenum ditelurida                     |
| $\text{WS}_2$            | tungsten disulfida                        |
| $\text{WSe}_2$           | tungsten diselenida                       |
| $\text{WTe}_2$           | tungsten ditelurida                       |
| $\text{SnS}_2$           | stannum disulfida                         |
| S                        | sulfur                                    |
| I                        | arus                                      |
| V                        | voltan                                    |
| $E_g$                    | mod getaran mendatar                      |
| $A_g$                    | mod getaran menegak                       |
| $C_p$                    | gabungan mod getaran mendatar dan menegak |
| $E_g$                    | Jurang jalur tenaga                       |

**SENARAI SINGKATAN**

|        |                                                |
|--------|------------------------------------------------|
| 2D     | dua dimensi                                    |
| vdW    | van der Waals                                  |
| IPA    | alkohol isopropil                              |
| CVD    | pemendapan wap kimia                           |
| PVD    | pemendapan wap fizikal                         |
| ALD    | pemendapan lapisan atomik                      |
| FESEM  | mikroskopi elektron pengimbasan pancaran medan |
| TEM    | mikroskopi elektron penghantaran               |
| AFM    | mikroskopi daya atomik                         |
| UV-Vis | ultralembayung-sinar boleh nampak              |
| XPS    | spektroskopi fotoelektron sinar-X              |
| FET    | transistor kesan medan                         |
| TMDs   | logam peralihan dwikalkogen                    |

## BAB I

### PENGENALAN

#### 1.1 PENDAHULUAN

Selepas penemuan grafin pada tahun 2004, ia menjadi pemangkin kepada para penyelidik untuk melanjutkan kajian terhadap bahan-bahan 2-Dimensi (2D) yang lain. Hal ini kerana, sewaktu grafin berjaya diasingkan daripada bahan pualnya, Andre Geim dan Kosta Novoselov mendapati bahawa grafin mempunyai ciri-ciri yang berpotensi untuk diaplikasi sebagai peranti elektronik moden. Antara ciri utama grafin ialah sifat pengangkutan elektron dalam 2-dimensi yang bersifat balistik pada jarak submicron (Novoselov et al.). Selain grafin, beberapa kategori bahan 2D lain yang turut menjadi fokus penyelidikan termasuk fosforen, silicene, MXene, logam peralihan dwikalkogen atau lebih dikenali sebagai TMD dan sebagainya. Setiap bahan 2D ini masing-masing mempunyai keistimewaan dan ciri-ciri yang unik.

Kajian menunjukkan bahawa bahan 2D mempunyai ciri-ciri unik termasuk kekuatan mekanikal yang tinggi dengan Young's modulus antara 240 hingga 1000 GPa, ringan dan fleksibel, serta sifat elektrik dan haba yang baik, ditunjukkan melalui mobiliti pembawa cas antara 500 hingga 3500  $\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  dan konduktiviti termal antara 36.9 hingga 751  $\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$  (Liu & Wu 2016; Schwierz et al. 2015; Wu et al. 2022). Oleh itu, bahan 2D potensi besar dalam menghasilkan peranti elektronik generasi baharu. Bahan 2D yang semakin mendapat tumpuan penyelidikan ialah daripada keluarga TMD. TMD terdiri daripada bahan yang pelbagai, merangkumi semikonduktor, penebat dan logam. Antara contoh TMD semikonduktor yang sering dikaji ialah molibdenum disulfida ( $\text{MoS}_2$ ), molibdenum diselenida ( $\text{MoSe}_2$ ), tungsten disulfida ( $\text{WS}_2$ ) dan sebagainya. Tambahan baru dalam keluarga TMD yang kini menjadi perhatian ialah renium disulfida ( $\text{ReS}_2$ ) kerana potensi dan kelebihan berbanding TMD lain, iaitu

mempunyai jurang jalur yang sempit (menghampiri julat inframerah dekat) dan langsung, yang hampir tidak berubah walaupun berbeza bilangan lapisan, menjadikan ia sesuai untuk aplikasi optoelektronik.

## 1.2 PENYATAAN MASALAH

Bahan 2D mempunyai potensi untuk diaplikasi dalam bidang elektronik dan optoelektronik moden. Walau bagaimanapun, prestasi peranti berasaskan bahan 2D sangat bergantung kepada kualiti bahan yang dihasilkan, termasuk morfologi, ketebalan, orientasi, dan keseragaman kristal. Oleh itu, pemahaman yang mendalam terhadap mekanisme pertumbuhan dan faktor-faktor yang mempengaruhi pertumbuhan bahan 2D adalah penting sebelum bahan tersebut dapat diintegrasikan secara berkesan sebagai peranti. Bagi bahan  $\text{ReS}_2$ , walaupun ia mempunyai jurang jalur yang sesuai dan sifat anisotropik yang berpotensi tinggi untuk aplikasi optoelektronik, kaedah pertumbuhan yang konsisten dan terkawal masih menjadi satu cabaran. Parameter pertumbuhan seperti jarak antara bahan pelopor dan substrat, suhu pertumbuhan, serta kepekatan wap pelopor didapati memberi kesan yang signifikan terhadap orientasi kepingan, ketebalan lapisan, dan kepadatan kepingan  $\text{ReS}_2$ . Walau bagaimanapun, kajian yang sistematik dan salingkait antara parameter-parameter ini dan ciri bahan yang terhasil masih belum difahami sepenuhnya.

Kekurangan pemahaman yang menyeluruh terhadap faktor-faktor penting pertumbuhan kepingan nano  $\text{ReS}_2$  ini telah mengehadkan kebolehulangan (reproducibility) dan kebolehskalaan (scalability) bahan tersebut untuk aplikasi praktikal. Tanpa kawalan terhadap proses pertumbuhan, proses fabrikasi peranti menjadi tidak konsisten dan seterusnya menjejaskan prestasi serta kebolehpercayaan peranti berasaskan bahan 2D. Justeru, kajian ini dijalankan bagi mengenalpasti dan menganalisa faktor-faktor penting yang mempengaruhi mekanisme pertumbuhan kepingan nano  $\text{ReS}_2$  menggunakan kaedah pemendapan wap kimia (CVD). Pemahaman ini adalah penting bagi menyediakan asas yang kukuh untuk pembangunan bahan 2D berkualiti tinggi, sekaligus menyumbang kepada pengintegrasian  $\text{ReS}_2$  dalam fabrikasi peranti elektronik dan optoelektronik generasi baharu.

### 1.3 OBJEKTIF KAJIAN

Kajian ini mengandungi tiga objektif utama iaitu;

1. Mengkaji kesan suhu substrat dan jarak substrat-bahan pelopor terhadap pertumbuhan kepingan  $\text{ReS}_2$  menggunakan kaedah CVD.
2. Membincangkan kesan kepekatan wap Re dan suhu pertumbuhan terhadap mod pertumbuhan kepingan  $\text{ReS}_2$ .
3. Mengkaji keupayaan fotorespon peranti berasaskan kepingan  $\text{ReS}_2$ .

### 1.4 SKOP KAJIAN

Kajian sistematik bagi mengkaji pertumbuhan kepingan nano  $\text{ReS}_2$  melalui kaedah CVD boleh dibahagi kepada tiga peringkat. Pada peringkat awal, pertumbuhan  $\text{ReS}_2$  dijalankan pada suhu yang tinggi, manakala parameter-parameter lain diubah bagi memerhati perubahan dari segi morfologi. Seterusnya, suhu pertumbuhan diturunkan secara berperingkat dan proses pengubahan parameter diulang bagi menilai kesannya terhadap pertumbuhan kepingan  $\text{ReS}_2$ . Setelah selesai proses pertumbuhan  $\text{ReS}_2$ , sampel-sampel tersebut digunakan untuk melakukan pencirian yang lebih mendalam. Berdasarkan data yang diperoleh, mekanisme pertumbuhan kepingan  $\text{ReS}_2$  dapat dicadangkan.

Akhir sekali, bagi menunjukkan potensi aplikasi bahan ini sebagai fotopengesan, peranti ringkas telah dihasilkan menggunakan kaedah pemindahan kering untuk memindahkan kepingan  $\text{ReS}_2$  ke atas substrat dengan elektrod yang telah dipra-corak. Prestasi peranti ini dinilai dengan membandingkan arus yang terhasil dalam keadaan gelap dan di bawah pancaran laser.

### 1.5 HAD KAJIAN

Kajian ini memfokuskan kepada pendekatan sistematik bagi memahami mekanisme pertumbuhan  $\text{ReS}_2$  di atas substrat  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  menggunakan kaedah CVD. Dengan merujuk parameter pertumbuhan yang telah dilaporkan dalam kajian-kajian terdahulu,

skop parameter bagi kajian ini telah ditentukan. Memandangkan kajian ini menggunakan relau dengan satu zon pemanas, parameter yang memainkan peranan penting dalam pertumbuhan kepingan  $\text{ReS}_2$  telah dikenalpasti iaitu jarak antara pelopor–pelopor, jarak pelopor–substrat, serta suhu substrat. Kedudukan substrat  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  pula dikekalkan sepanjang kajian ini. Selain itu, berdasarkan laporan kajian terdahulu, renium trioksida ( $\text{ReO}_3$ ) dikenal pasti sebagai pelopor pepejal yang sesuai sebagai sumber renium. Oleh itu, jisim serbuk  $\text{ReO}_3$  dan sulfur masing-masing ditetapkan pada 15 mg dan 150 mg bagi memudahkan kawalan terhadap kepekatan wap yang terhasil semasa proses pertumbuhan.

Bagi eksperimen untuk menilai fotosensitiviti kepingan  $\text{ReS}_2$ , peranti ringkas dengan dua elektrod logam telah dihasilkan. Pendekatan ini membolehkan penilaian awal terhadap respons foto kepingan  $\text{ReS}_2$  apabila terdedah kepada sinaran cahaya nampak. Pemindahan kepingan  $\text{ReS}_2$  berskala mikron dilakukan menggunakan filem gel Si; namun, proses ini merupakan satu cabaran kerana kesukaran untuk memastikan kepingan tersebut melekat serta membentuk sentuhan elektrik yang baik dengan elektrod logam.

## 1.6 KERANGKA TESIS

Tesis ini terbahagi kepada enam bab, dengan setiap bab mengandungi beberapa subseksyen bagi memberikan huraian yang lebih terperinci. **Bab satu** memfokuskan kepada pendahuluan kajian yang merangkumi pengenalan, pernyataan masalah, objektif, serta skop dan had kajian.

**Bab dua** membincangkan dengan terperinci mengenai bahan 2D, termasuk ciri-ciri utama yang dimiliki oleh setiap kategori bahan 2D. Perbincangan ini disusun secara berperingkat berdasarkan pengelasan bahan 2D seperti perbezaan komposisi unsur, struktur kristal, jurang jalur tenaga, dan sifat elektronik. Penekanan khusus diberikan kepada konsep struktur atom dan jurang jalur tenaga kerana kedua-dua aspek ini memainkan peranan penting dalam menentukan sifat bahan. Berasaskan kefahaman ini, kesesuaian bahan 2D untuk pelbagai aplikasi dapat dikenalpasti. Selain itu, bab ini turut menghuraikan secara khusus mengenai bahan  $\text{ReS}_2$ , kepentingannya dalam

pembangunan peranti moden dan teknologi termaju, serta kaedah-kaedah sedia ada bagi pertumbuhan bahan tersebut.

**Bab tiga** menghuraikan metodologi penyelidikan yang digunakan dalam kajian ini. Bab ini merangkumi dua subseksyen utama, iaitu kaedah sintesis  $\text{ReS}_2$  menggunakan teknik CVD serta kaedah pencirian bahan yang disintesis. Pencirian tersebut dijalankan menggunakan pelbagai teknik bagi mengkaji ciri-ciri optik, struktur, dan elektrik bahan  $\text{ReS}_2$ . Bagi pencirian elektrik, kepingan  $\text{ReS}_2$  yang dipilih dipindahkan ke atas substrat yang mempunyai elektrod yang telah dipra-corak melalui teknik pemindahan kering.

**Bab empat** membincangkan proses pengelupasan mekanikal  $\text{ReS}_2$  pukal yang digunakan sebagai sampel rujukan bagi perbandingan dengan  $\text{ReS}_2$  yang disintesis melalui kaedah CVD dalam bab seterusnya. Sampel  $\text{ReS}_2$  yang diperoleh melalui kaedah pengelupasan mekanikal telah dicirikan menggunakan mikroskop optik, spektroskopi Raman dan mikroskopi daya atom (AFM) bagi menilai morfologi, ketebalan serta ciri struktur bahan tersebut.

**Bab lima** membentangkan hasil dan perbincangan dapatan kajian daripada sintesis  $\text{ReS}_2$  menggunakan teknik CVD zon tunggal. Dengan mengubah parameter pertumbuhan seperti jarak antara pelopor-pelopor, pelopor-substrat serta suhu, trend keseluruhan pertumbuhan  $\text{ReS}_2$  dapat diperhatikan. Pendekatan ini membolehkan analisis yang sistematik terhadap kesan setiap parameter pertumbuhan terhadap morfologi dan ciri kepingan yang terhasil. Dalam bab ini, perbincangan dibahagikan kepada pencirian fizikal dan kimia. Antara teknik pencirian yang digunakan termasuk spektroskopi Raman, mikroskopi elektron imbasan pancaran medan (FESEM), AFM, mikroskopi elektron transmisi (TEM), serta spektroskopi fotoelektron sinar-X (XPS). Selain itu, sifat optik  $\text{ReS}_2$  dikaji melalui analisis spektroskopi UV-Vis. Seterusnya, sifat elektrik  $\text{ReS}_2$  dikaji menggunakan sistem pengukuran arus-voltan (I-V) melalui fabrikasi peranti ringkas yang melibatkan pemindahan kepingan  $\text{ReS}_2$  ke atas elektrod pra-corak. Melalui konfigurasi ini, keupayaan fotorespon  $\text{ReS}_2$  terhadap cahaya dapat dinilai.

**Bab enam** pula merumuskan keseluruhan hasil kajian yang telah dijalankan, termasuk sumbangan utama penyelidikan ini terhadap pemahaman mekanisme pertumbuhan ReS<sub>2</sub>. Bab ini juga mengemukakan cadangan dan penambahbaikan yang berpotensi untuk meningkatkan kualiti serta skop kajian pada masa hadapan.



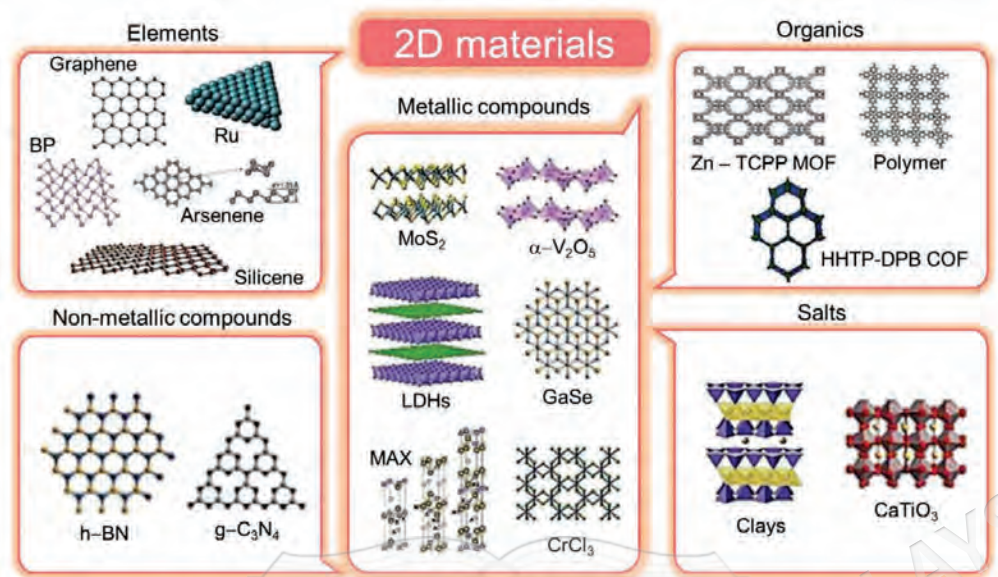
## BAB II

### KAJIAN LITERATUR

#### 2.1 BAHAN DUA DIMENSI (2D)

##### 2.1.1 Pengenalan kepada Bahan 2D

Bahan yang dikategorikan sebagai 2-Dimensi (2D) mempunyai struktur berlapis yang diikat oleh daya van der Waals antara lapisan yang lemah. Bahan-bahan 2D mempunyai pelbagai ciri-ciri unik yang berpotensi digunakan dalam pelbagai aplikasi. Antara ciri-ciri tersebut ialah ikatan dalam-satah yang kuat, interaksi antara lapisan yang lemah disebabkan oleh daya van der Waals tersebut, dan boleh wujud dengan ketebalan senipis satu atau beberapa lapisan atom. Kewujudan daya van der Waals yang lemah ini membolehkan lapisan-lapisan bahan 2D diasingkan daripada struktur pukalnya melalui kaedah fizikal mahupun kimia. Atom dalam satah yang sama terikat secara kovalen atau ionik dan mempunyai kekuatan dan kestabilan yang tinggi. Ikatan dalam-satah yang kuat ini disebabkan oleh perkongsian atau pertukaran elektron antara atom yang berjiran. Hingga kini, terdapat pelbagai jenis bahan 2D yang telah dikaji dan dilaporkan. Bahan 2D boleh dikelaskan kepada lima kumpulan utama iaitu unsur (contoh grafin, fosforus hitam), logam ( $\text{MoS}_2$ ,  $\text{GaSe}$ ), bukan logam ( $\text{h-BN}$ ,  $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ), organik (polimer) dan garam ( $\text{CaTiO}_3$ ), seperti yang ditunjuk dalam **Rajah 2.1**. Li et al. pula mencadangkan bahan 2D dikelaskan berdasarkan sistem kristal seperti ortorombik (contoh  $\text{Ta}_2\text{NiS}_5$ ,  $\text{ZrTe}_5$ ), monoklinik ( $\text{GaTe}$ ,  $1\text{T}'\text{MoTe}_2$ ) dan triklinik ( $\text{ReS}_2$ ,  $\text{ReSe}_2$ ) (Li et al. 2019).



Rajah 2.1 Pengelasan pelbagai jenis bahan 2D mengikut kategori.

Sumber: (Shanmugam et al. 2022)

Bahan 2D mula menarik perhatian ramai selepas kejayaan Andre Geim dan Konstantin Novoselov mengasingkan grafin sebagai bahan satu lapisan yang stabil pada tahun 2004, yang seterusnya membawa kepada penganugerahan Hadiah Nobel Fizik kepada mereka (Novoselov et al. 2004). Penemuan ini membuka ruang kepada pemahaman yang lebih mendalam terhadap sifat unik bahan 2D, termasuk struktur atom nipis, mobiliti pembawa cas yang tinggi dan tingkah laku elektronik yang luar biasa. Kejayaan grafin telah mendorong usaha untuk meneroka pelbagai bahan 2D lain dengan kombinasi unsur yang berbeza. Bergantung kepada struktur dan komposisi unsur, bahan 2D boleh bersifat logam, separa-logam, semikonduktor atau penebat (Raza et al. 2020). Ciri-ciri ini menjadikan bahan 2D sesuai untuk pelbagai aplikasi elektronik, terutamanya apabila diintegrasikan dalam teknologi transistor kesan medan (FET), termasuk peranti optoelektronik, biosensor dan peranti elektronik fleksibel yang berprestasi tinggi serta cekap tenaga (Cheng et al. 2021). Dalam konteks aplikasi pengesanan foto inframerah dekat (NIR), bahan 2D yang digunakan perlu mempunyai tenaga jalur yang kecil bagi membolehkan penyerapan cahaya NIR yang lebih berkesan dan menghasilkan respons elektrik yang optimum (Liu et al. 2021). Oleh itu, pemilihan bahan 2D yang sesuai adalah penting bagi meningkatkan prestasi pengesanan foto pada julat NIR.

### 2.1.2 Logam Peralihan Dwikalkogen (TMDs)

Logam peralihan dwikalkogen (TMD) merupakan bahan 2D yang menarik perhatian besar dalam kalangan penyelidik kerana sifatnya yang unik dan berpotensi digunakan untuk pelbagai jenis aplikasi. TMD mempunyai formula umum  $MX_2$ , di mana M ialah logam peralihan daripada kumpulan 4 hingga 12 seperti molibdenum (Mo), tungsten (W), atau renium (Re), manakala X ialah unsur kalkogen seperti sulfur (S), selenium (Se), atau tellurium (Te), seperti dalam **Rajah 2.2**. Struktur TMD terdiri daripada lapisan atom logam peralihan yang diapit oleh dua lapisan atom kalkogen, membentuk struktur seperti sandwic. Atom dalam lapisan diikat oleh ikatan kovalen yang kuat, manakala antara lapisan pula dipegang oleh daya Van der Waals yang lemah, membolehkan bahan ini dikelupas hingga mencapai ketebalan monolapisan (Lv et al. 2015).

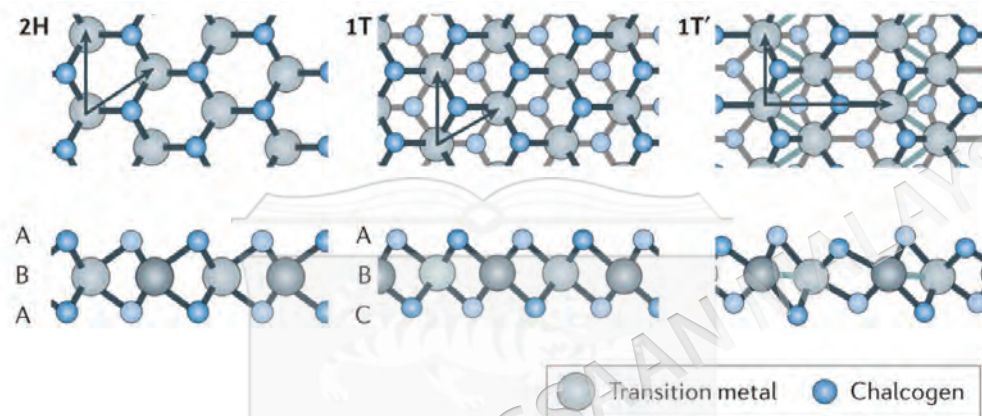
| H  | II |       |    |    |    |    |    |    |    |    |    | III | IV | V   | VII | VIII | He  |
|----|----|-------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|-----|----|-----|-----|------|-----|
| Li | Be |       |    |    |    |    |    |    |    |    |    | B   | C  | N   | O   | F    | Ne  |
| Na | Mg | 3     | 4  | 5  | 6  | 7  | 8  | 9  | 10 | 11 | 12 | Al  | Si | P   | S   | Cl   | Ar  |
| K  | Ca | Sc    | Ti | V  | Cr | Mn | Fe | Co | Ni | Cu | Zn | Ga  | Ge | As  | Se  | Br   | Kr  |
| Rb | Sr | Y     | Zr | Nb | Mo | Tc | Ru | Rh | Pd | Ag | Cd | In  | Sn | Sb  | Te  | I    | Xe  |
| Cs | Ba | La-Lu | Hf | Ta | W  | Re | Os | Ir | Pt | Au | Hg | Tl  | Pb | Bi  | Po  | At   | Rn  |
| Fr | Ra | Ac-Lr | Rf | Db | Sg | Bh | Hs | Mt | Ds | Rg | Cn | Uut | Fl | Uup | Lv  | Uus  | Uuo |

Rajah 2.2 Komposisi unsur semikonduktor berlapis bukan organik. Garisan kotak berwarna biru meliputi logam peralihan daripada kumpulan 3 hingga 12. Kotak elemen yang diwarnakan biru penuh ialah logam peralihan (dalam bentuk kalkogenidanya) yang telah ditemui mempunyai sifat semikonduktor. Kotak elemen yang diwarnakan oren penuh ialah elemen kalkogen.

Sumber: (Liu et al. 2018)

TMDs boleh wujud dalam beberapa fasa bergantung pada koordinasi atom. Dua fasa yang kerap ditemui ialah 2H dengan koordinasi prisma trigonal dan 1T dengan koordinasi oktahedral, seperti dalam Rajah 2.3 (Diery 2021). Bagi fasa 2H, susunan atom mengikuti pola ABA, di mana atom kalkogen daripada lapisan berbeza berada selari di atas satu sama lain. Sebaliknya, dalam fasa 1T, susunan atom mengikuti pola ABC, iaitu setiap lapisan beralih sedikit daripada kedudukan sebelumnya. Fasa yang

stabil bagi sesuatu TMD bergantung kepada jenis logam peralihan dan unsur kalkogen. Lazimnya, satu fasa adalah stabil secara termodinamik manakala fasa yang lain boleh diperoleh sebagai fasa metastabil. Sebagai contoh, TMD kumpulan VI seperti  $\text{MoX}_2$  dan  $\text{WX}_2$  (dengan  $\text{X} = \text{S}, \text{Se}$  atau  $\text{Te}$ ) kebanyakannya stabil dalam fasa 2H, manakala fasa 1T boleh diperoleh tetapi metastabil. Namun, terdapat pengecualian seperti  $\text{WTe}_2$ , yang stabil dalam struktur ortorombik 1T' (fasa 1T terherot) pada suhu bilik.



Rajah 2.3 Struktur atom TMD dengan fasa berbeza.

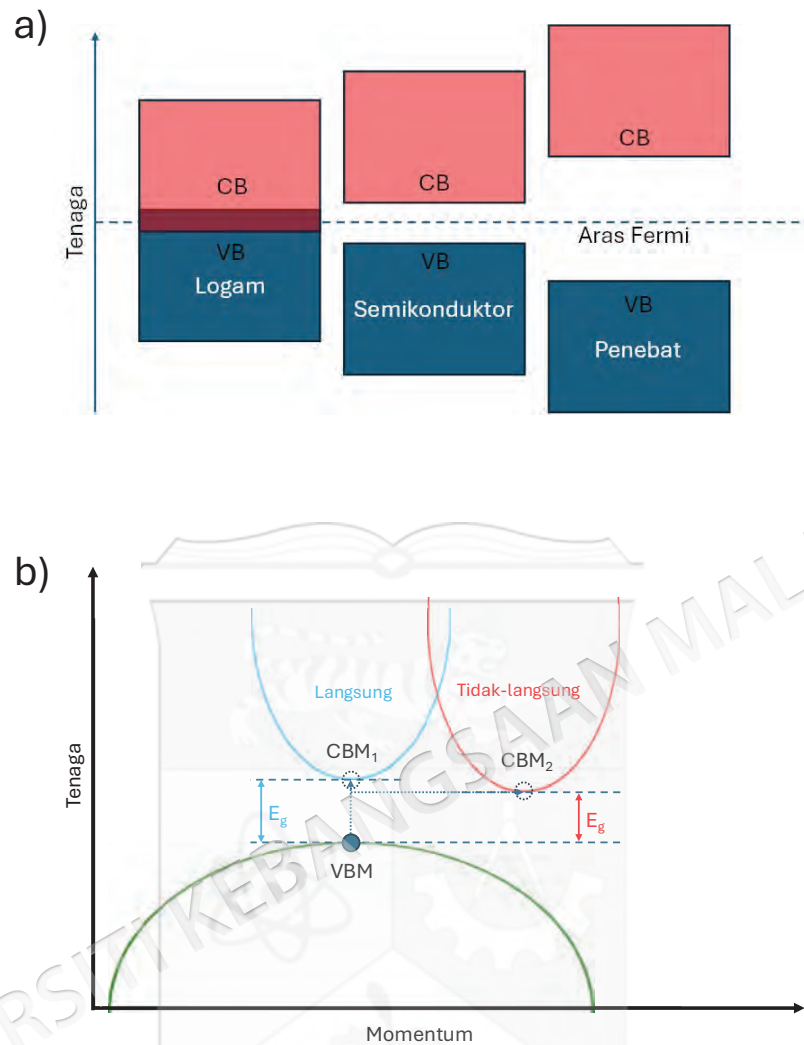
Sumber: (Wang et al. 2018)

Selain itu, bagi TMD berbilang lapisan atau pukal, struktur kristal dipengaruhi oleh susunan tindanan lapisan (*layer stacking*), manakala herotan struktur boleh menurunkan simetri dan keteraturan kisi kristal. Herotan struktur yang berpunca daripada ketidakstabilan elektronik dalam fasa 1T boleh menghasilkan ikatan logam-logam yang membawa kepada pembentukan fasa baharu seperti 1T'. Contohnya, 1T'- $\text{ReS}_2$  hasil tetramerisasi pada atom renium. Sementara itu, herotan yang lebih lemah boleh menghasilkan fasa gelombang ketumpatan cas (*charge density wave*, CDW), yang membawa kepada sifat fizik yang unik serta fasa yang kompleks. Kewujudan pelbagai polimorf ini menawarkan sifat elektronik dan optik berbeza (Sokolikova et al. 2020). Sebagai contoh, bagi  $\text{MoS}_2$ , fasa 2H adalah fasa semikonduktor yang stabil dan sesuai untuk aplikasi elektronik dan optoelektronik, manakala fasa 1T menunjukkan sifat logam yang sesuai untuk aplikasi penyimpanan tenaga (Lei et al. 2018). Pemahaman terhadap polimorf ini penting kerana sifat bahan boleh diubah melalui kawalan sintesis, haba, atau rawatan kimia (Cai et al. 2018).

### 2.1.3 Jurang Jalur

Jurang jalur adalah konsep yang penting kerana ianya menentukan sifat sesuatu bahan itu sama ada konduktor, semikonduktor atau penebat. Tenaga jurang jalur merujuk kepada perbezaan tenaga antara jalur valensi maksimum (VBM) dan jalur konduksi minimum (CBM). Jalur valensi ialah jalur tenaga di mana elektron terikat kepada atom manakala jalur konduksi ialah jalur tenaga yang lebih tinggi di mana elektron boleh bergerak bebas, seterusnya menyumbang kepada kekonduksian elektrik. Jurang jalur ini menunjukkan tenaga minimum yang diperlukan untuk menguja elektron dari jalur valensi ke jalur konduksi. **Rajah 2.4 (a)** menunjukkan perbezaan jalur tenaga bagi konduktor, semikonduktor, dan penebat. Konduktor mempunyai jalur valensi dan jalur konduksi yang bertindih, membolehkan elektron bergerak bebas pada setiap masa. Semikonduktor pula mempunyai jurang jalur yang kecil, biasanya kurang daripada 2 eV, membolehkan elektron diuja dengan tenaga yang sederhana untuk melompat ke jalur konduksi. Sebaliknya, penebat mempunyai jurang jalur yang besar, yang memerlukan tenaga yang sangat tinggi untuk menguja elektron ke jalur konduksi. Oleh itu, penebat tidak boleh mengalirkan elektrik.

Terdapat dua jenis jurang jalur: jurang jalur langsung dan tidak langsung, seperti dalam **Rajah 2.4 (b)**. Bagi bahan yang mempunyai jurang jalur langsung, elektron di jalur valensi maksimum boleh berpindah terus ke jalur konduksi minimum tanpa perubahan momentum. Ini penting untuk aplikasi optik kerana peralihan langsung ini akan memancar dan menyerap foton secara efektif, menjadikannya sesuai untuk peranti optoelektronik seperti LED, laser dan fotopengesan. Bagi bahan yang jurang jalurnya tidak langsung pula, peralihan elektron dari jalur valensi ke jalur konduksi memerlukan interaksi dengan fonon kerana melibatkan perubahan momentum. Ini menjadikan bahan dengan jurang jalur tidak langsung kurang efektif untuk pancaran dan serapan cahaya.



Rajah 2.4 (a) Pengelasan bahan berdasarkan jurang jalur. (b) Skematik menunjukkan jurang jalur langsung dan tidak langsung

Jurang jalur adalah faktor penting dalam aplikasi optoelektronik, termasuk fotopengesanan. Jurang jalur menentukan panjang gelombang cahaya yang boleh diserap dan ditukar kepada isyarat elektrik. Untuk pengesanan cahaya NIR dalam lingkungan 700–2500 nm, bahan dengan jurang jalur sempit adalah diperlukan. Pengesanan cahaya dalam julat NIR adalah penting untuk pelbagai aplikasi seperti telekomunikasi, pengimejan perubatan, dan pemantauan alam sekitar. Sebagai contoh, dalam aplikasi telekomunikasi optik, panjang gelombang sekitar 1.31  $\mu\text{m}$  dan 1.55  $\mu\text{m}$  adalah sangat penting kerana kehilangan penghantaran dalam gentian optik adalah minimum pada julat ini, sekali gus membolehkan penghantaran isyarat jarak jauh dengan gangguan

yang rendah (Senior et al. 2009). Bagi aplikasi perubatan dan bioperubatan pula, julat panjang gelombang NIR, khususnya antara 650–950 nm dan 1000–1700 nm, adalah penting kerana penyerapan cahaya oleh tisu biologi adalah minimum, membolehkan penembusan cahaya yang lebih dalam serta pengesanan maklumat seperti kandungan tisu dan komposisi kimia (Firbank et al. 1993; Jacques 2013).

Berbanding semikonduktor konvensional, jurang jalur bagi bahan 2D sangat bergantung kepada ketebalan lapisan. Contohnya, MoS<sub>2</sub> mempunyai jurang jalur tidak langsung (1.2 eV) dalam bentuk pukal. Namun, jurang jalur bertukar menjadi langsung dengan tenaga 1.8 eV apabila ketebalannya dikurangkan kepada monolapisan (Pandey et al. 2020). **Jadual 2.1** menyenaraikan contoh bahan 2D bersama nilai jurang jalur masing-masing.

Jadual 2.1 Sifat elektronik bahan 2D

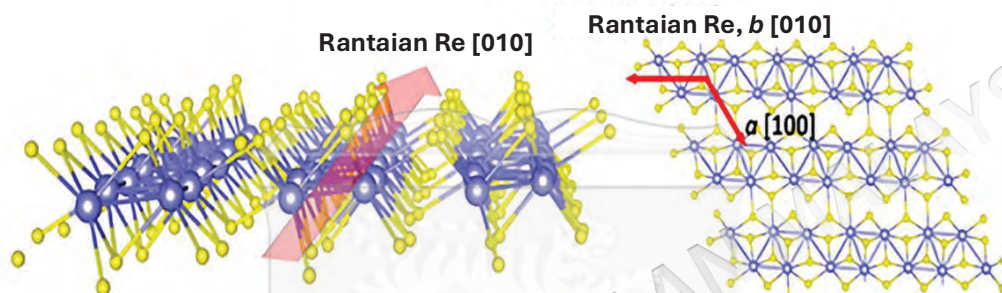
| Bahan 2D          | Tenaga Jurang Jalur (eV)  | Jenis                      | Rujukan                 |
|-------------------|---------------------------|----------------------------|-------------------------|
| MoS <sub>2</sub>  | 1.2 (Pukal) / 1.8 (Mono)  | Semikonduktor              | (Mak et al. 2010)       |
| WS <sub>2</sub>   | 1.3 (Pukal) / 2.0 (Mono)  | Semikonduktor              | (Chernikov et al. 2015) |
| MoSe <sub>2</sub> | 1.1 (Pukal) / 1.55 (Mono) | Semikonduktor              | (Tongay et al. 2012)    |
| WSe <sub>2</sub>  | 1.2 (Pukal) / 1.65 (Mono) | Semikonduktor              | (Hsu et al. 2017)       |
| MoTe <sub>2</sub> | 1.0 (Pukal) / 1.1 (Mono)  | Semikonduktor              | (Ruppert et al. 2014)   |
| WTe <sub>2</sub>  | 0 (Pukal) / 1.0 (Mono)    | Semi-logam / Semikonduktor | (Amin et al. 2014)      |
| SnS <sub>2</sub>  | ~ 2.2                     | Semikonduktor              | (Li, Su, et al. 2016)   |
| ReS <sub>2</sub>  | 1.35 (Pukal) / 1.4 (Mono) | Semikonduktor              | (Gadde et al. 2021)     |

## 2.2 RENIUM DISULFIDA (ReS<sub>2</sub>)

### 2.2.1 Struktur Hablur ReS<sub>2</sub>

ReS<sub>2</sub> pukal mempunyai struktur kristal berlapis di mana setiap lapisan dipegang oleh daya van der Waals yang lemah, sama seperti grafin dan TMD lain. Bagi ReS<sub>2</sub> dalam fasa 1T, setiap atom Re mempunyai tujuh elektron valensi dengan satu daripadanya adalah elektron yang bebas. Elektron yang bebas ini menyebabkan wujudnya ikatan kovalen antara atom Re. Oleh itu, kedua-dua ikatan kovalen antara logam-kalkogen (Re=S) dan logam-logam (Re-Re) wujud dalam ReS<sub>2</sub>. Kesannya, sel unit ReS<sub>2</sub> terdiri

daripada empat atom renium dan lapan atom sulfur (Tongay et al. 2014). Kewujudan ikatan kovalen Re-Re ini memberi kesan terhadap keseimbangan tenaga sistem kristal dan seterusnya menyebabkan struktur kekisi 1T ReS<sub>2</sub> terherot. **Rajah 2.5** menunjukkan pandangan sisi dan atas fasa 1T ReS<sub>2</sub> yang terherot atau singkatannya 1T'. Herotan Peierls pada stuktur 1T ini menyebabkan terbentuknya rantai Re-Re yang berbentuk zigzag pada arah [101] dan kekisi ReS<sub>2</sub> tidak lagi mempunyai struktur heksagon yang simetri (Tongay et al. 2014).



Rajah 2.5 Struktur hablur ReS<sub>2</sub> dengan fasa 1T' yang mempunyai rantai Re-Re pada arah paksi b [010] dan paksi a [100] yang merentasi rantai Re-Re. Gambar sebelah kanan merupakan dari sisi atas

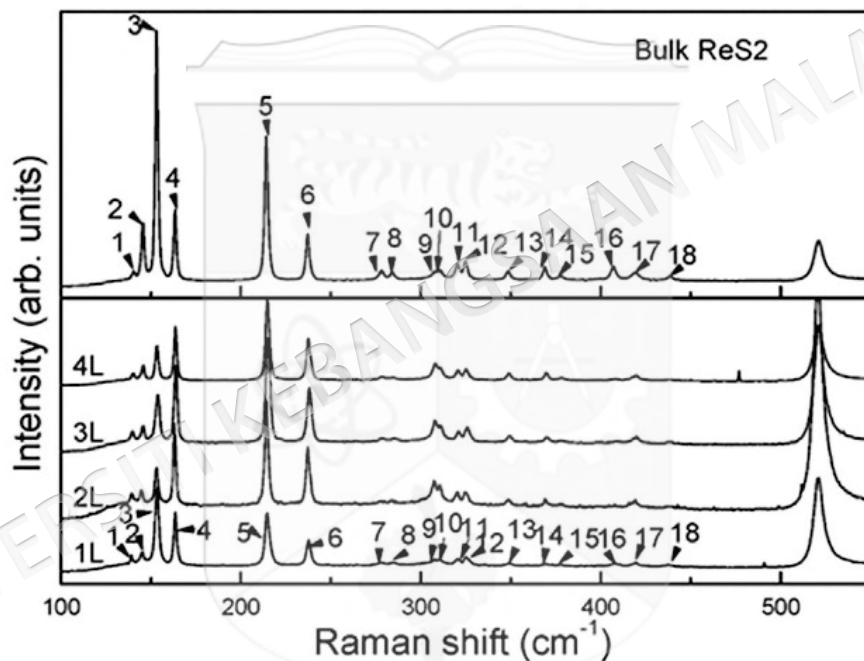
Sumber: (Feng et al. 2015; Xiong et al. 2019)

### 2.2.2 Mod Getaran dan Struktur Jalur ReS<sub>2</sub>

Getaran molekul boleh memberi pelbagai maklumat mengenai sesuatu bahan seperti pengecaman struktur, simetri kekisi, dan kecacatan. Spektroskopi Raman ialah teknik yang digunakan secara meluas untuk mengukur mod getaran optik sesuatu bahan. Terdapat dua jenis mod Raman untuk ReS<sub>2</sub> iaitu mod getaran antara lapisan (interlayer) dan mod getaran dalam lapisan (intralayer) (Tongay et al. 2014). Mod getaran antara lapisan biasanya diperhatikan pada frekuensi rendah ( $<50 \text{ cm}^{-1}$ ) dan terbahagi kepada mod ricih (shear mode) dan mod pernafasan (breathing mode). Namun, mod getaran ini sukar untuk diperhatikan kerana terlalu hampir dengan panjang gelombang penuras takik.

Pada dalam julat frekuensi tinggi iaitu  $100\text{-}500 \text{ cm}^{-1}$ , ReS<sub>2</sub> mempunyai pelbagai mod aktif (sehingga 18 mod), seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 2.6** (Feng et al.

2015). Mod utama yang ialah  $E_g$  dan  $A_g$  yang masing-masing mewakili getaran dalam-satah (in-plane) dan luar-satah (out-of-plane), sementara  $C_p$  merujuk kepada mod getaran gabungan dalam dan luar satah. Tidak seperti TMD lain, semua mod aktif dan tidak aktif Raman bagi  $\text{ReS}_2$  adalah tidak terdegenerat kerana strukturnya yang bersimetri rendah. Mod getaran  $<250 \text{ cm}^{-1}$  banyak dikaitkan dengan getaran atom Re, manakala mod  $>250 \text{ cm}^{-1}$  berasal daripada getaran atom S (Feng et al. 2015). Feng et al. melaporkan bahawa spektrum Raman bagi  $\text{ReS}_2$  adalah hampir sama tanpa mengira ketebalannya (Feng et al. 2015). Ini menunjukkan bahawa interaksi antara lapisan dalam  $\text{ReS}_2$  adalah lemah (Tongay et al. 2014).



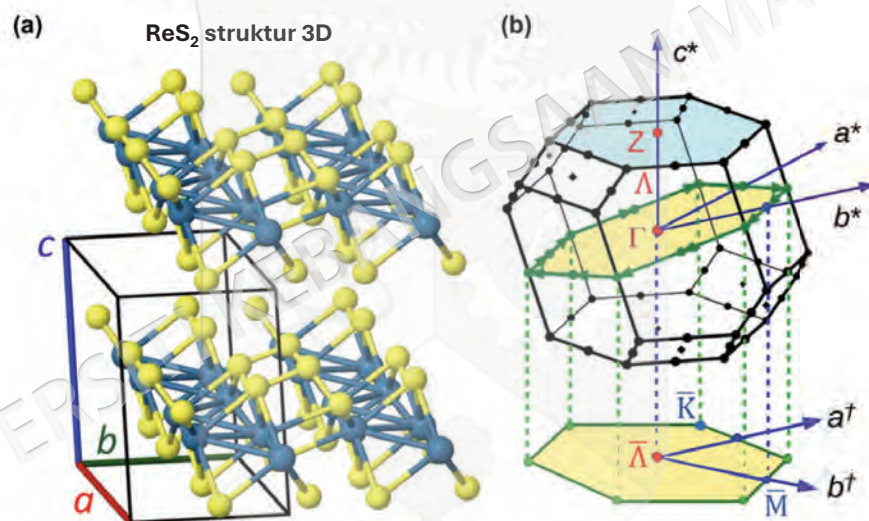
Rajah 2.6 Spektrum Raman  $\text{ReS}_2$  pukal (atas) dan  $\text{ReS}_2$  beberapa lapisan (bawah). Anak panah menunjukkan lokasi 18 mod aktif Raman.

Sumber: (Feng et al. 2015)

Kebanyakan TMD seperti  $\text{MoS}_2$  dan  $\text{WS}_2$  mempunyai jurang jalur tidak langsung dalam keadaan pukal. Ini kerana VBM dan CBM mempunyai nilai momentum yang berbeza. Oleh itu, peralihan elektron dari jalur konduksi ke jalur valens memerlukan bantuan fonon bagi memenuhi prinsip keabadian momentum. Namun, apabila ketebalannya berkurang sehingga monolapisan, jurang jalur berubah kepada langsung. Fenomena ini berlaku akibat kesan pengurungan kuantum (quantum

confinement) dan pengurangan gandingan antara lapisan yang mengubah struktur jalur elektronik bahan TMD. Apabila bilangan lapisan berkurang, kedudukan VBM dan CBM berubah sehingga kedua-duanya berada pada nilai momentum yang sama.

Walau bagaimanapun,  $\text{ReS}_2$  adalah unik kerana mempunyai jurang jalur langsung tanpa mengira ketebalannya (Gadde et al. 2021). Seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 2.7**, struktur hablur  $\text{ReS}_2$  mempunyai susunan atom yang anisotropik dengan pembentukan rantai atom Re sepanjang arah  $[010]$ . Struktur hablur yang terherot ini menyebabkan interaksi antara lapisan menjadi sangat lemah. Akibatnya, struktur jalur elektronik  $\text{ReS}_2$  hanya mengalami perubahan yang kecil apabila bilangan lapisan berubah berbanding TMD konvensional seperti  $\text{MoS}_2$  dan  $\text{WS}_2$ .



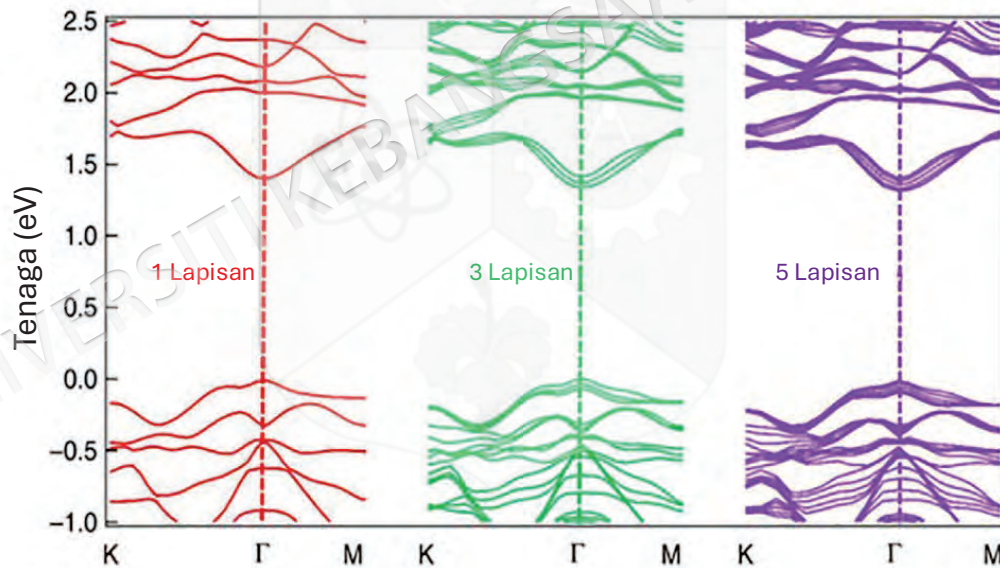
Rajah 2.7 (a) Struktur kristal  $\text{ReS}_2$  yang menunjukkan atom Re (biru) dan atom S (kuning). Sel unit ditakrifkan oleh vektor kekisi  $a$ ,  $b$  dan  $c$ . Rantian atom Re tersusun sepanjang arah  $a$  dalam satah, manakala vektor  $b$  membentuk sudut kira-kira  $120^\circ$  terhadap arah tersebut. (b) Zon Brillouin pertama bagi struktur kristal  $\text{ReS}_2$  dalam ruang salingan yang ditakrifkan oleh vektor kekisi  $a^*$ ,  $b^*$  dan  $c^*$ .

(Webb et al. 2017)

**Rajah 2.8** menunjukkan struktur jalur elektronik  $\text{ReS}_2$  bagi monolapisan, tiga lapisan dan lima lapisan yang diperoleh melalui pengiraan ab initio. Struktur jalur tersebut diplot sepanjang laluan  $K-\Gamma-M$  dalam zon Brillouin, di mana  $K$ ,  $\Gamma$  dan  $M$  merupakan titik simetri tinggi yang digunakan untuk menganalisis perubahan tenaga

elektron dalam ruang resiprok. Berdasarkan **Rajah 2.8**, VBM dan CBM bagi ketiga-tiga ketebalan masing-masing berada pada titik  $\Gamma$ . Kedudukan VBM dan CBM pada titik momentum yang sama menunjukkan bahawa  $\text{ReS}_2$  mengekalkan sifat jurang jalur langsung tanpa mengira bilangan lapisan.

Selain itu, nilai jurang jalur hanya berubah sedikit daripada kira-kira 1.35 eV bagi lima lapisan kepada 1.40 eV bagi monolapisan (Liu et al. 2015). Sebagai perbandingan, jurang jalur TMD lain seperti  $\text{MoS}_2$  meningkat dengan ketara daripada 1.2 eV bagi pukal kepada 1.8 eV bagi monolapisan (Mak et al. 2010). Kebanyakan TMD lain mengalami kesan kuantum yang ketara. Namun, dalam kes  $\text{ReS}_2$ , kesan kuantum adalah tidak ketara kerana interaksi atau gandingan antara lapisan adalah lemah. Ini disebabkan oleh pertindihan fungsi gelombang elektron antara lapisan bersebelahan yang minimum (He et al. 2016; Lorchat et al. 2016; Qiao et al. 2016).



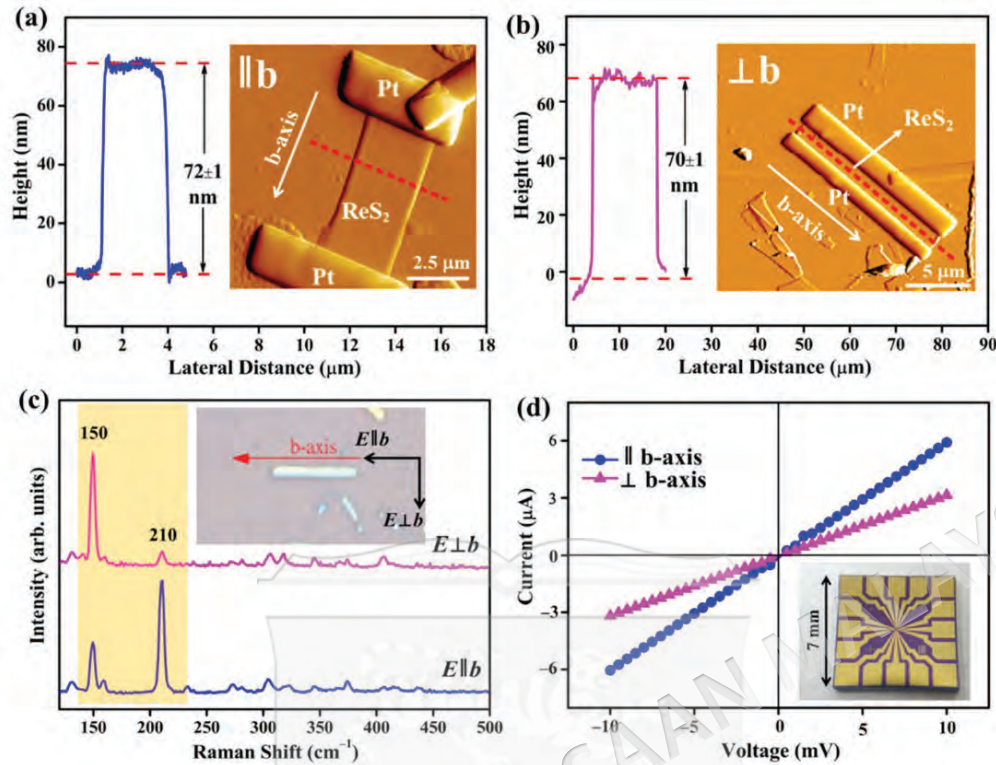
Rajah 2.8 Struktur jalur  $\text{ReS}_2$  dengan bilangan lapisan berbeza yang dikira menggunakan kaedah *ab initio*

Sumber: (Liu et al. 2015)

### 2.2.3 Sifat Elektrikal

ReS<sub>2</sub> mempamerkan sifat elektrikal beranisotropik yang ketara disebabkan oleh struktur kristalnya yang bersimetri rendah. Eksperimen menunjukkan bahawa kekonduksian elektrik sepanjang paksi-b boleh mencapai sehingga 32 kali lebih tinggi berbanding arah seranjang, seperti dalam **Rajah 2.8** (Bangolla et al. 2023). Sifat anisotropik ini turut dilihat dalam tindakbalas cahaya, di mana fotoresponsiviti boleh berbeza sehingga faktor 20 antara kedua-dua orientasi (Bangolla et al. 2023). Menariknya, sifat anisotropik ini juga wujud bagi aloi ReS<sub>2</sub>, seperti ReS<sub>2(1-x)</sub>Se<sub>2x</sub>, dengan mobiliti elektron yang tinggi diperoleh sepanjang paksi-b bagi semua komposisi (Bangolla et al. 2023; Wen et al. 2017). Satu lagi ciri penting ReS<sub>2</sub> ialah pengumpulan elektron di permukaan yang tinggi, dengan kepekatan pembawa di permukaan mencapai kira-kira  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  — lebih tiga order magnitud berbanding pukal. Fenomena ini berpunca daripada kekosongan sulfur intrinsik, yang bukan sahaja meningkatkan kekonduksian tetapi juga memainkan peranan penting dalam prestasi peranti seperti FET dan sensor gas (Xu et al. 2015).

Mobiliti pembawa ReS<sub>2</sub> pada suhu bilik adalah sederhana, biasanya dalam julat 20 hingga 35  $\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  (Park et al. 2022). Pada suhu rendah (2 K), nilai mobiliti boleh meningkat sehingga  $\sim 350 \text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  (Pradhan et al. 2015). Secara umumnya, mobiliti meningkat dengan ketebalan kepingan dan meningkat dengan penurunan suhu. Mobiliti FET ReS<sub>2</sub> monolapisan adalah sekitar 3  $\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ , dan lazimnya bertindak sebagai semikonduktor jenis-n disebabkan oleh kehadiran kecacatan intrinsik seperti kekosongan sulfur serta pencemaran tak sengaja yang bertindak sebagai penderma, yang menyumbang kepada kepekatan pembawa elektron yang lebih tinggi berbanding lubang (Park et al. 2017). Walau bagaimanapun, kekonduksian jenis-p boleh diperoleh melalui kaedah pendopan (contoh Mo), yang menghasilkan sifat jenis-p degenerat serta nisbah pembetulan (rectification ratio) sehingga 150 bagi peranti diod p-n (Qin, Shao, Xu, et al. 2017).



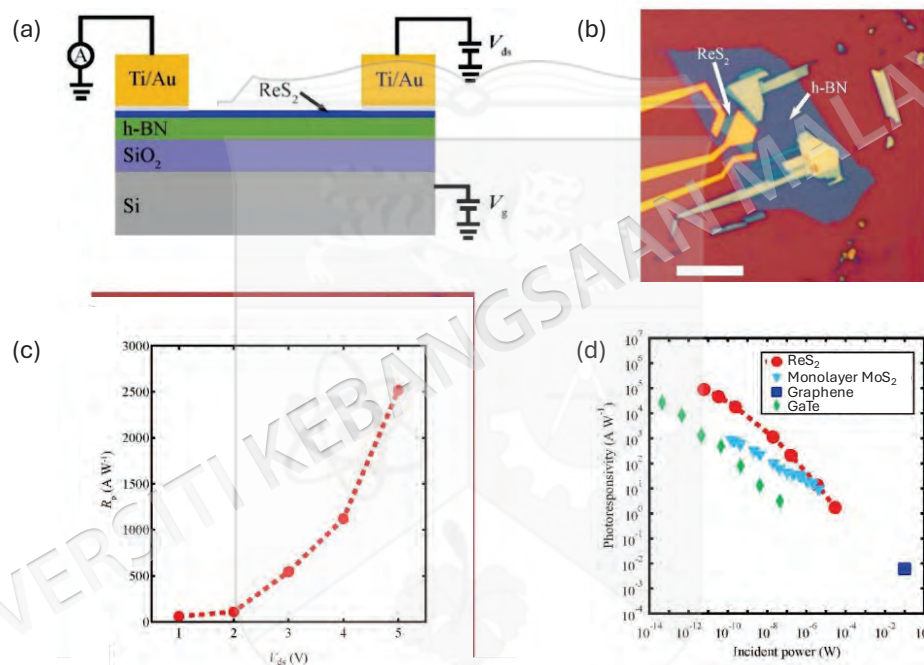
Rajah 2.9 Profil ketinggian AFM dan imej (a) kepingan nano  $\parallel$  b dan (b) kepingan nano  $\perp$  b. (c) Spektrum Raman kepingan  $\text{ReS}_2$  juga menunjukkan kesan polarisasi. (d) lengkung I-V kepingan  $\text{ReS}_2$   $\parallel$  b dan  $\perp$  b.

Sumber: (Bangolla et al. 2023)

Pada 2015, Enze Zhang et. al., telah melaporkan fototransistor get atas berasaskan  $\text{ReS}_2$  yang ditumbuh melalui proses CVD. Nilai fotoresponsiviti yang diperoleh pada panjang gelombang pengujian 633 nm ialah  $16.14 \text{ AW}^{-1}$  dan nisbah arus buka/tutup melebihi  $10^6$  (Zhang et al. 2015). Kemudian, Liu et al. melaporkan peranti heterostruktur  $\text{ReS}_2/\text{hBN}$  yang dihasilkan melalui kaedah pengelupasan mekanikal dan memperoleh fotoresponsiviti yang sangat tinggi iaitu  $88,600 \text{ AW}^{-1}$  di bawah pencahayaan lemah (sekitar 6 pW) pada panjang gelombang pengujian 532 nm (Liu, Long, et al. 2016). Fotoresponsiviti yang tinggi bagi peranti  $\text{ReS}_2$  lazimnya dikaitkan dengan kehadiran keadaan perangkap (trap states) yang berpunca daripada kekosongan sulfur, bendasing, atau pencemaran permukaan yang boleh menyebabkan elektron yang teruja terperangkap untuk tempoh yang lama (Jeon et al. 2023).

Seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 2.10**, prestasi pengesan foto  $\text{ReS}_2$  ini turut dibandingkan dengan bahan-bahan 2D penanda aras yang lain iaitu grafin (Mueller

et al. 2010), MoS<sub>2</sub> (Lopez-Sanchez et al. 2013), dan GaTe (Liu et al. 2014). Pemilihan bahan-bahan ini adalah wajar kerana setiap satunya mewakili kelas dan tahap prestasi bahan 2D yang berbeza; grafin mewakili bahan 2D perintis (*pioneer*) yang mempunyai jurang jalur sifar, MoS<sub>2</sub> merupakan bahan rujukan yang paling meluas dikaji dalam keluarga dikalkogenida logam peralihan (TMD), manakala GaTe mewakili kelas bahan kalkogenida yang sememangnya terkenal dengan prestasi fotoresponsiviti yang tinggi. Melalui perbandingan ini, keupayaan luar biasa ReS<sub>2</sub> dapat ditonjolkan dengan lebih jelas.



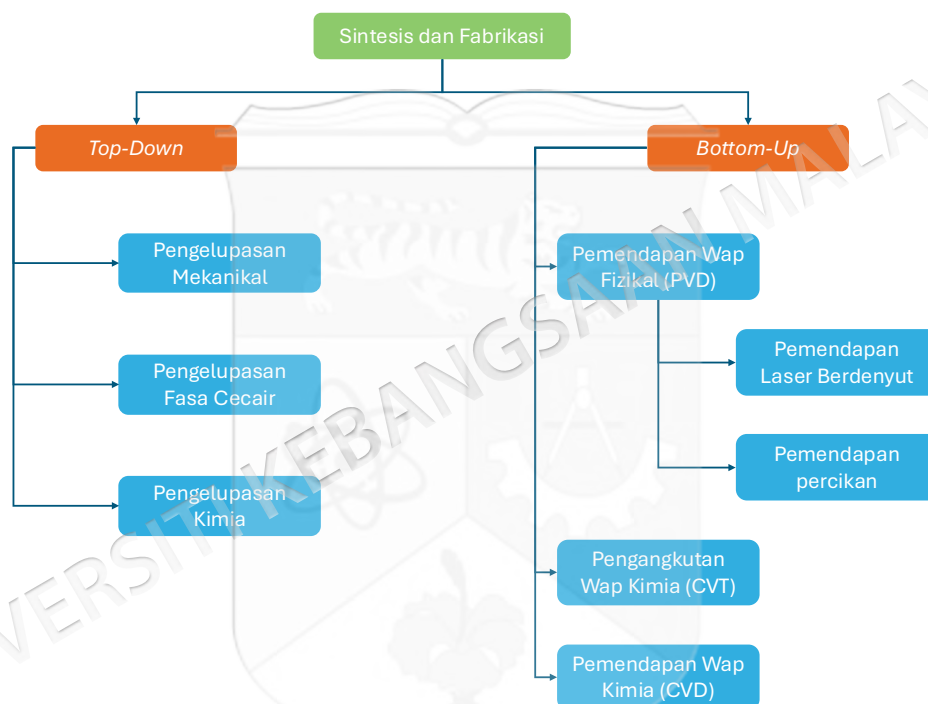
Rajah 2.10 (a) Skematik fototransistor heterostruktur ReS<sub>2</sub>/hBN beberapa lapisan. (b) Imej mikroskop optik peranti yang diuji. Skala bar ialah 10  $\mu\text{m}$ . Kebergantungan fotoresponsiviti pada (c)  $V_{ds}$  dan (d) kuasa insiden. Perbandingan dengan bahan 2D lain (MoS<sub>2</sub> monolapisan, GaTe, grafin) juga ditunjukkan.

Sumber: (Liu, Long, et al. 2016)

### 2.3 KAEDAH SINTESIS ReS<sub>2</sub>

Sintesis filem dan kepingan ReS<sub>2</sub> berkualiti tinggi dengan saiz, ketebalan, dan morfologi yang sesuai adalah sangat penting untuk penyelidikan asas dangunaan. Unsur Re mempunyai takat lebur antara yang tertinggi ( $\sim 3180^\circ\text{C}$ ) berbanding logam peralihan yang lain manakala sulfur pula mempunyai takat lebur yang agak rendah

( $\sim 155^\circ\text{C}$ ) . Perbezaan takat lebur yang besar ini menjadikan proses pertumbuhan  $\text{ReS}_2$  mencabar. Bahagian ini menerangkan pelbagai teknik sintesis  $\text{ReS}_2$ . Bahagian pertama menekankan pendekatan sintesis “*top-down*” yang merangkumi pengelupasan mekanikal dan fasa cecair. Bahagian seterusnya membincangkan teknik “*bottom-up*” yang merangkumi kaedah pemendapan wap fizikal (PVD), pengangkutan wap kimia (CVT), pemendapan laser berdenyut (PLD) dan pemendapan wap kimia (CVD) (Kumar et al. 2019; Li et al. 2020; Qi et al. 2016; Wen et al. 2017). **Rajah 2.11** merangkumkan pelbagai teknik sintesis dan fabrikasi untuk bahan  $\text{ReS}_2$ .



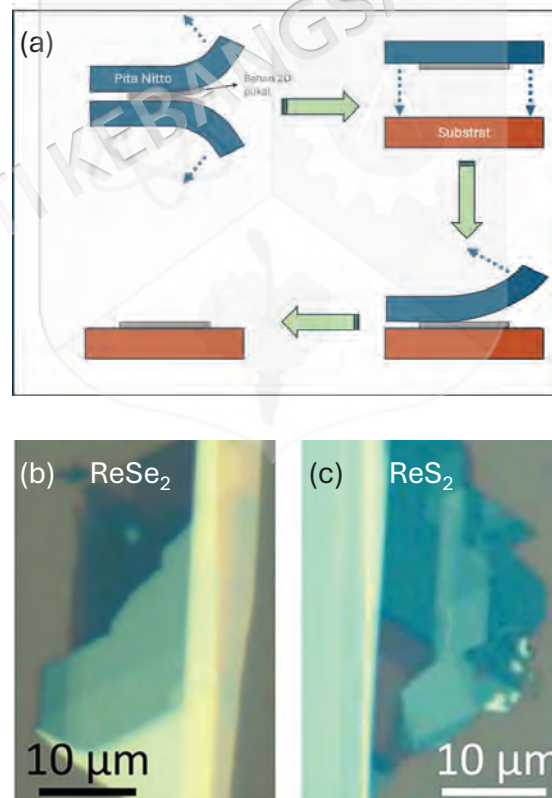
Rajah 2.11 Kaedah sintesis dan fabrikasi 2D  $\text{ReS}_2$  yang terdiri daripada dua pendekatan iaitu “*top-down*” dan “*bottom-up*”

Sumber: (Fadhel et al. 2021)

### 2.3.1 Pengelupasan Mekanikal

Oleh kerana bahan 2D mempunyai struktur atom yang berlapis, ianya boleh dikelupas secara mekanikal daripada bentuk pukalnya ke lapisan-lapisan yang lebih nipis. Teknik ini adalah murah, ringkas dan pantas. Pengelupasan grafit kepada grafin menggunakan pita pelekat pertama kali dilaporkan oleh Novoselov et al. Kaedah ini mampu menghasilkan kepingan nano berkualiti tinggi dengan ciri mekanikal dan elektrik yang

baik (Bertolazzi et al. 2011; Lee et al. 2008; Novoselov et al. 2005; Zhang et al. 2005). Proses pengelupasan dilakukan dengan mengapit sebutir hablur tunggal pukal dengan pita pelekatan dan diikuti dengan pengelupasan berulang kali seperti yang dilakarkan dalam **Rajah 2.12 (a)**. Substrat yang bersih, digunakan untuk memindahkan kepingan nipis yang telah dipisahkan. Substrat 300 nm  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  biasanya digunakan kerana mempunyai kontras yang baik yang membantu pengecaman kepingan nipis dibawah mikroskop optik. Pengelupasan mekanikal biasanya menggunakan pita khas yang mempunyai kekuatan pelekatan yang rendah untuk mengurangkan risiko sisa pelekatan tertinggal di atas substrat (contoh pita nitto) (Li et al. 2020). **Rajah 2.12 (b) dan (c)** menunjukkan imej optik kepingan nano  $\text{ReSe}_2$  dan  $\text{ReS}_2$  di atas substrat  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  dengan pelbagai ketebalan yang dikelupas daripada bahan pukal (Lorchat et al. 2016). Walau bagaimanapun, kelemahan utama kaedah ini ialah kepingan yang diperoleh adalah secara rawak, mempunyai pelbagai bentuk dan saiz serta mempunyai ketebalan yang berbeza-beza (Xiong et al. 2019).



Rajah 2.12 (a) Langkah pengelupasan mengikut turutan serta kepingan (b)  $\text{ReSe}_2$  dan (c)  $\text{ReS}_2$  selepas dikelupas secara mekanikal

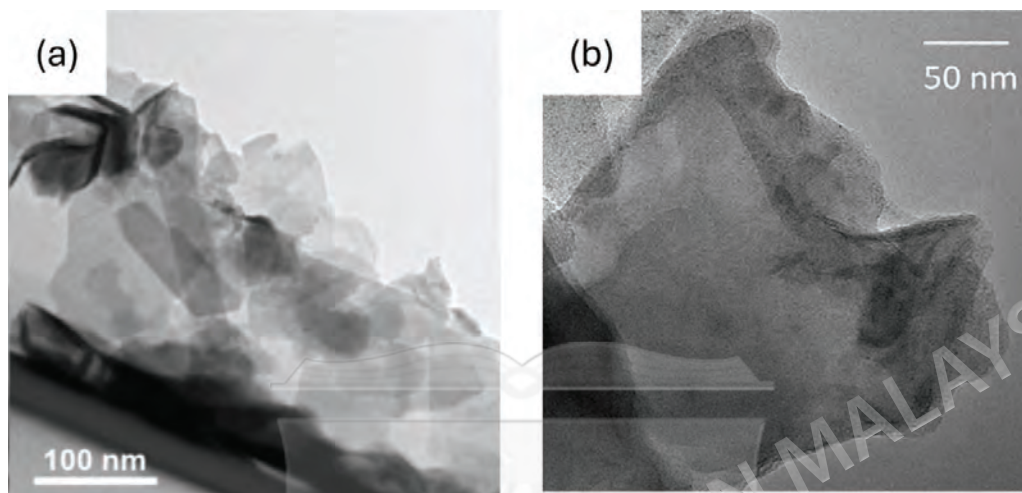
Sumber: (Patil et al. 2022)

### 2.3.2 Pengelupasan Fasa Cecair

Pengelupasan fasa cecair merupakan teknik yang popular untuk memperoleh kepingan  $\text{ReS}_2$  dalam kuantiti besar tetapi dengan kualiti hablur yang lebih rendah. Teknik ini boleh dikelaskan kepada dua jenis; pengelupasan dibantu sonikasi dan pengelupasan melalui penyelitan ion (Kang et al. 2016). Hersam et al. telah melaporkan pengelupasan  $\text{ReS}_2$  dalam larutan surfaktan berasaskan akues. Pada peringkat awal, serbuk  $\text{ReS}_2$  dalam air ternyahion telah disonikasi dengan surfaktan molekul kecil amfipilik iaitu natrium cholate. Seterusnya, larutan tersebut diempar pada kelajuan 7500 RPM untuk menyingkirkan kepingan yang tidak terkelupas, dan supernatan dikumpulkan. Proses diteruskan dengan diempar pada 20,000 RPM untuk mengumpulkan kepingan nano yang mempunyai saiz lateral yang lebih besar. Akhirnya, kepingan nano  $\text{ReS}_2$  yang lebih seragam berjaya diperoleh dengan purata ketebalan sekitar 3 nm dan saiz lateral 50–100 nm. Penggunaan pelarut campuran juga turut dilaporkan menggunakan teori keterlarutan Hansen untuk menyediakan kepingan nano  $\text{ReS}_2$  berlapis dengan mengelupas  $\text{ReS}_2$  pukal dalam campuran etanol-air (Xu et al. 2018). Campuran pelarut dengan nisbah 72% air ternyahion dan 28% etanol semasa sonikasi adalah optimum untuk mengelupas kepingan nano  $\text{ReS}_2$  berskala besar dengan purata saiz lateral 20–100 nm dan ketebalan 1.5 hingga 6 nm secara berkesan. Kepingan nano  $\text{ReS}_2$  koloid untuk aplikasi terapi antitumor dan pengimejan bio menggunakan kaedah pengelupasan cecair dibantu sonikasi juga telah dilaporkan oleh Miao et al. (Miao et al. 2018).

Teknik kedua ialah pengelupasan melalui penyelitan ion. Bagi kaedah ini, kation seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{K}^+$  dengan radius ion yang kecil boleh menyelit dengan mudah ke celah-celah antara lapisan. Ini menyebabkan pengembangan celah antara lapisan dan melemahkan daya van der Waals (Li et al. 2020). Satu lagi pendekatan melibatkan tindakbalas serbuk  $\text{ReS}_2$  dengan litium borohidrid ( $\text{LiBH}_4$ ) telah dibangunkan bagi menggantikan protokol konvensional yang menggunakan larutan butil litium untuk mengelupas kepingan nano  $\text{ReS}_2$  dengan lebih berkesan (Fujita et al. 2014). Walau bagaimanapun, kepingan nano  $\text{ReS}_2$  yang diperoleh menunjukkan taburan ketebalan dan saiz lateral yang tidak seragam. Pembentukan filem  $\text{ReS}_2$  monolapisan yang homogen dan berkualiti tinggi pada skala besar masih merupakan cabaran. Tambahan

pula, sesetengah pelarut dan reagen boleh menyebabkan pencemaran terhadap produk. Dalam konteks ini, kepingan nano yang diperoleh melalui teknik ini lebih sesuai digunakan dalam aplikasi biologi dan penukaran tenaga (Li et al. 2020).



Rajah 2.13 Imej mikroskop elektron kepingan ReS<sub>2</sub> yang dikelupas secara (a) sonikasi dan (b) Interkalasi litium.

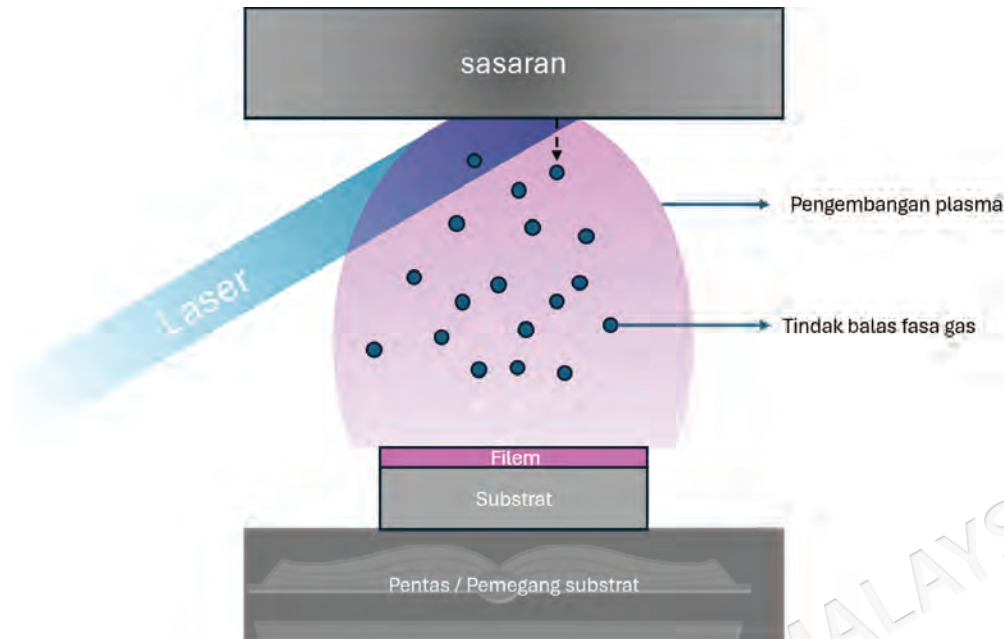
Sumber: (Fujita et al. 2014; Xu et al. 2018)

### 2.3.3 Pemendapan Wap Fizikal (PVD)

Pemendapan wap fizikal ialah teknik pemendapan filem nipis di mana atom atau gugusan kecil atom daripada sumber pepejal atau cecair, dibawa melalui persekitaran vakum atau bertekanan rendah, dan seterusnya memeluwap di atas substrat untuk membentuk filem. Teknik ini merangkumi proses penyejatan, pemendapan melalui ablasi laser, pemendapan berasaskan arka vakum, dan pemendapan percikan (Rosnagel 2003). PVD boleh digunakan untuk mendepositkan pelbagai jenis bahan sama ada unsur, aloi, sebatian, dan polimer. Filem yang terhasil boleh terdiri daripada lapisan tunggal, berbilang lapisan, atau salutan tebal. Ketebalan filem biasanya berada dalam julat beberapa angstrom hingga beberapa ribu angstrom, manakala kadar pemendapan lazimnya antara sepuluh hingga seratus angstrom sesaat. PVD adalah versatil kerana keupayaannya mendepositkan hampir semua jenis bahan organik dan bukan organik melalui proses yang bersih (Mattox 2010). Selain itu, sekiranya tindakbalas kimia diperlukan, gas reaktif seperti oksigen atau nitrogen boleh dialirkan untuk menghasilkan lapisan oksida atau nitrida.

**a. Pemendapan Laser Berdenyut (PLD)**

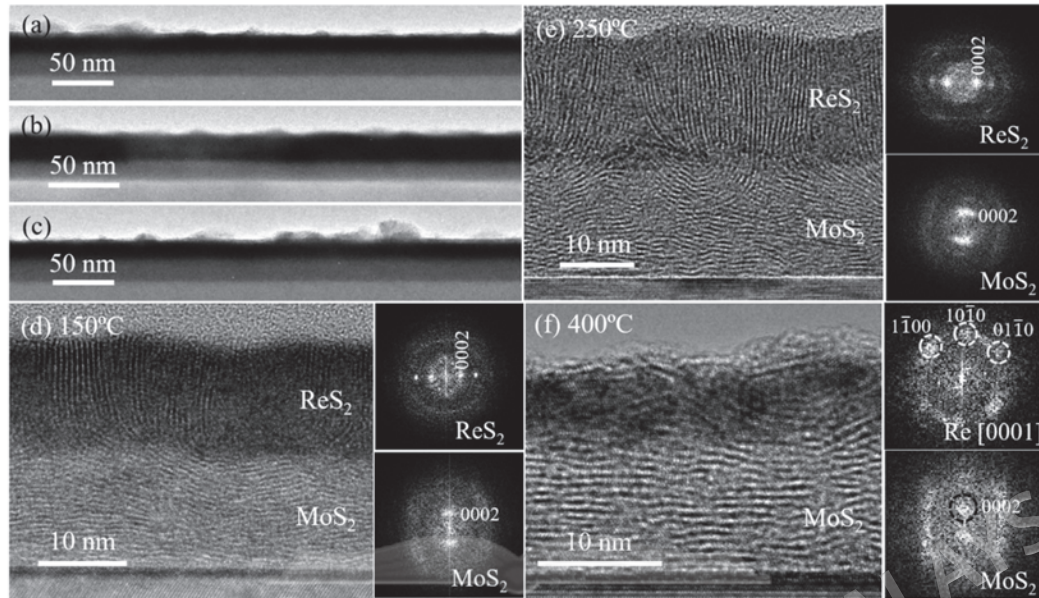
Pemendapan laser berdenyut (PLD) adalah teknik sintesis yang menggunakan denyutan laser berkuasa tinggi untuk memindahkan bahan daripada sasaran pepejal ke substrat. PLD mempunyai tiga langkah utama iaitu ablasi laser, pembentukan plasma serta pertumbuhan filem (Shepelin et al. 2023). Filem yang diperoleh bergantung kepada parameter laser seperti panjang gelombang, kelancaran, denyutan dan sebagainya kerana ianya memberi kesan terhadap interaksi antara laser dan bahan sasaran (Yang et al. 2016). Selain itu, kualiti filem juga bergantung kepada beberapa faktor lain termasuk masa mendapan, suhu, tekanan gas, komposisi gas, jarak antara sasaran dan substrat serta komposisi unsur sasaran (Yu et al. 2024). Bagi kes pemendapan aloi dan sebatian, komposisi filem yang diperoleh tidak semestinya sama dengan komposisi bahan sasaran. Komposisi filem nipis boleh menyimpang sehingga 30 % berbanding bahan sasaran sekiranya bahan sasaran terdiri daripada unsur-unsur yang mempunyai jisim yang sangat berbeza (Shepelin et al. 2023). Unsur yang ringan akan bergerak dengan halaju yang lebih tinggi dan sampai ke permukaan substrat lebih awal, tetapi dalam jumlah yang lebih rendah disebabkan oleh penyebaran yang lebih tinggi. Contohnya, unsur ringan seperti Li tersebar dengan lebih luas dalam plasma berbanding unsur berat dan mudah hilang daripada substrat akibat percikan atau penyejatan (Shepelin et al. 2023). Hal ini menimbulkan kesukaran untuk mendapatkan filem dengan komposisi yang tepat terutamanya apabila melibatkan sebatian yang terdiri daripada unsur ringan dan berat (Shepelin et al. 2023).



Rajah 2.14 Prinsip Kerja PLD

Sumber: (Shepelin et al. 2023)

Dalam kes pemendapan  $\text{ReS}_2$  menggunakan teknik PLD, filem dengan ketebalan  $\sim 30$  hingga  $50$  nm telah diperoleh pada suhu substrat serendah  $300^\circ\text{C}$  ke atas templat  $\text{MoS}_2$  dan juga substrat nilam (Vishal et al. 2019). Vishal et. al. menyediakan sebatian  $\text{ReS}_2$  menggunakan campuran wayar Re ( $1$  mm) dan serbuk S dalam nisbah stoikiometri 1:2 dalam tiub kuarza yang dimatikan pada tekanan  $10^{-5}$  mbar. Kemudian, campuran tersebut dipanaskan dengan perlahan hingga  $200^\circ\text{C}$  selama  $15$  jam dan diikuti proses sepuh lindapan selama  $2$  jam pada suhu sama untuk mengelakkan letupan akibat tekanan wap sulfur yang tinggi. Suhu kemudian dinaikkan secara berperingkat sehingga  $900^\circ\text{C}$  dalam masa  $34$  jam, dan dikekalkan pada  $900^\circ\text{C}$  selama  $120$  jam bagi memastikan kehomogenan. Serbuk hitam yang terhasil ditekan sejuk ke dalam acuan dan disinter vakum pada  $200^\circ\text{C}$  selama  $4$  jam untuk menghasilkan sasaran PLD. Keseluruhan proses yang diambil adalah panjang berbanding teknik pemendapan yang lain. Berdasarkan **Rajah 2.15**, filem  $\text{ReS}_2$  yang terhasil mempunyai ketebalan kira-kira  $20$  nm, manakala proses nukleasinya berlaku pada bahagian hujung satah  $\text{MoS}_2$  sebelum pertumbuhan diteruskan sepanjang arah menegak.



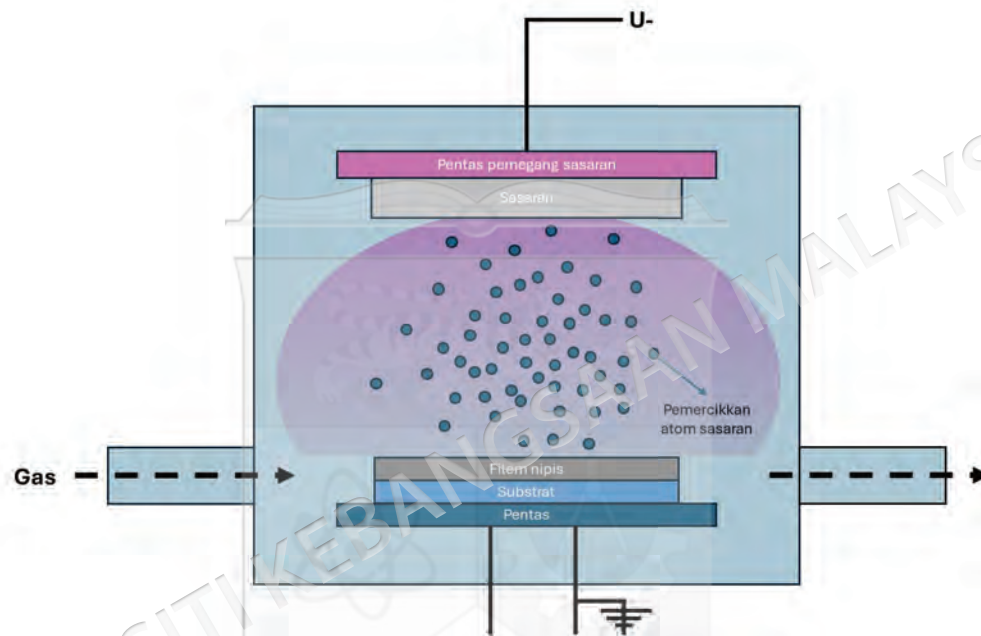
Rajah 2.15 (a)-(c)Imej TEM medan cerah keratan rentas pada pembesaran rendah bagi filem  $\text{ReS}_2$  yang ditumbuhkan di atas templat  $\text{MoS}_2$  pada tiga suhu berbeza: 150, 250 dan 400 °C. (d)-(f) Imej HRTEM diperolehi daripada tiga filem berbeza.

Sumber: (Vishal et al. 2019)

#### b. Pemendapan Percikan

Kaedah percikan bergantung kepada bedilan bahan sasaran oleh ion yang dihasilkan daripada plasma melalui pelepasan gas DC atau RF. **Rajah 2.16** menunjukkan rajah skematik kaedah percikan. Plasma biasanya dihasilkan daripada gas Ar kerana mudah diperolehi dengan ketulenan tinggi, berkos rendah, dan lebih berkesan dari segi hasil berbanding gas lain seperti He dan Ne. Warna plasma Ar kebiasaannya berwarna biru tetapi sering kelihatan merah jambu akibat kehadiran oksigen. Oleh itu, tekanan asas yang rendah penting untuk menyingkirkan oksigen semasa pemendapan. Proses pertumbuhan dijalankan pada tekanan antara 1 mTorr hingga 100 mTorr, di mana min lintasan bebas zarah boleh berubah dari beberapa milimeter hingga sentimeter. Ion bertenaga membedil sasaran, memindahkan momentum dan menyebabkan ion tersingkir daripada permukaan sasaran, yang kemudiannya terkumpul pada substrat. Kedudukan substrat dan sasaran juga boleh mempengaruhi sifat filem nipis yang terhasil. Semakin tinggi kuasa RF atau DC yang dikenakan pada sasaran, semakin tinggi tenaga ion yang membedil sasaran. Tenaga ini bergantung pada momentum yang dipindahkan daripada ion dalam plasma serta ketumpatan sasaran. Ketumpatan yang

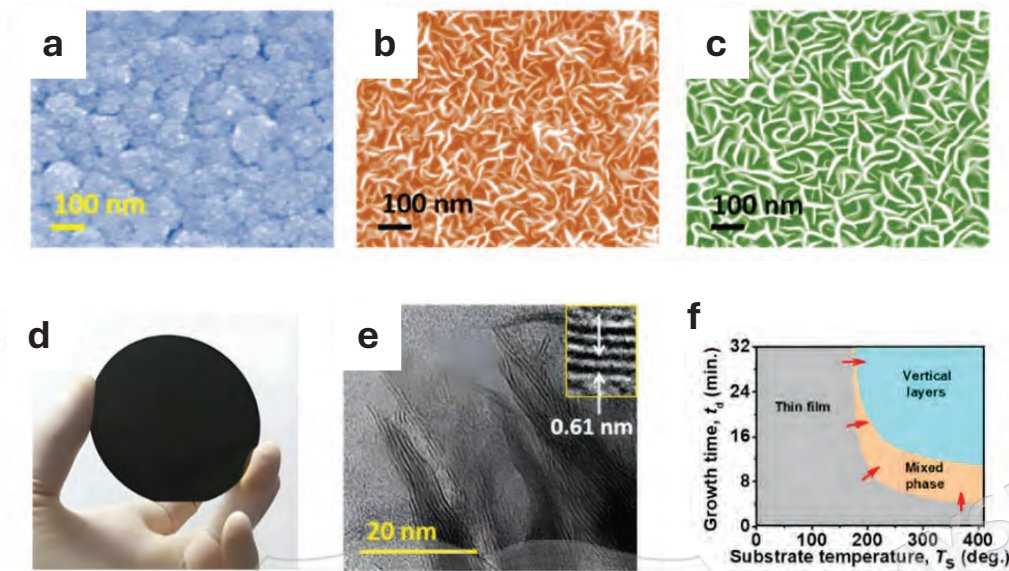
lebih tinggi menghasilkan kadar percikan lebih besar. Walau bagaimanapun, tenaga ion yang terlalu tinggi boleh menimbulkan kecacatan pada substrat. Teknik percikan ini membolehkan pemendapan bahan unsur, aloi, sebatian, dan beberapa jenis polimer di atas substrat. Filem yang dihasilkan boleh terdiri daripada lapisan tunggal, lapisan komposisi bergred, atau struktur berbilang lapisan, bergantung pada geometri substrat dan sasaran serta parameter pemendapan yang digunakan (Acar et al. 2021).



Rajah 2.16 Prinsip Kerja Pemendapan Wap Fizikal

Sumber: (Acar et al. 2021)

Percubaan untuk deposit lapisan nipis  $\text{ReS}_2$  menggunakan kaedah percikan telah dilakukan oleh Kumar et. al (Kumar et al. 2019). Seperti kaedah PLD, sasaran  $\text{ReS}_2$  perlu disediakan terlebih dahulu. Serbuk  $\text{ReS}_2$  polihablur dihasilkan daripada campuran serbuk Re dan S. Kemudian, serbuk tersebut dimasukkan ke dalam acuan grafit 2 inci dan disinter pada  $800^\circ\text{C}$  selama 10 minit di bawah tekanan 50 kN untuk membentuk sasaran percikan. Kumar et al. mendapati bahawa pada suhu  $400^\circ\text{C}$ ,  $\text{ReS}_2$  pada awalnya tumbuh sebagai filem nipis dan berubah kepada lapisan menegak yang padat, dengan peningkatan tempoh pertumbuhan, seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 2.17**.



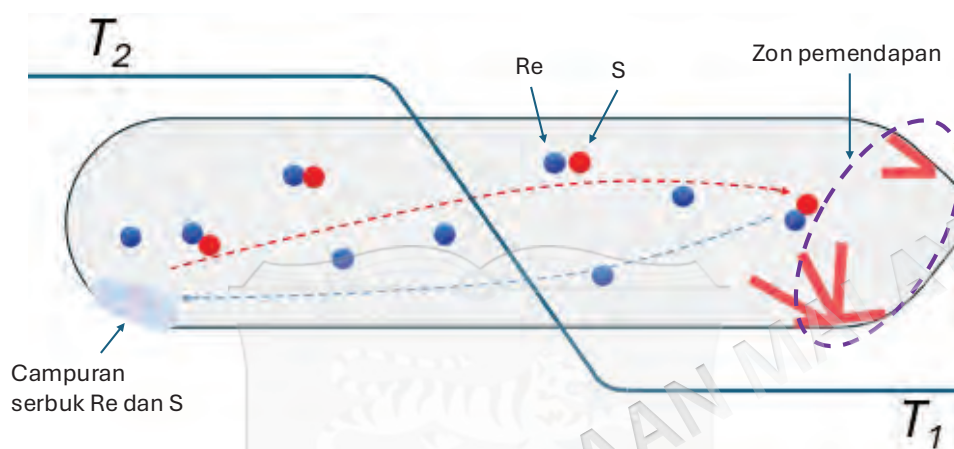
Rajah 2.17 (a-c) Imej SEM untuk sampel ReS<sub>2</sub> yang ditumbuh pada suhu bilik, 200 dan 400 °C dengan masa pemendapan 30 minit. (d) Fotografi asal wafer Si yang telah dimendapkan ReS<sub>2</sub>. (e) Mikrograf TEM lapisan ReS<sub>2</sub> menegak, menunjukkan lima lapisan bertindih dengan lebar 0.61 nm. (f) Rajah fasa parametrik pertumbuhan ReS<sub>2</sub> pada kuasa pemendapan RF yang tetap, di mana anak panah menunjukkan bahawa peralihan dari filem nipis ke lapisan menegak adalah mungkin secara in situ dan ia boleh digunakan untuk kejuruteraan skala nano dengan memvariasikan suhu substrat.

Sumber: (Kumar et al. 2019)

#### 2.3.4 Pengangkutan Wap Kimia (CVT)

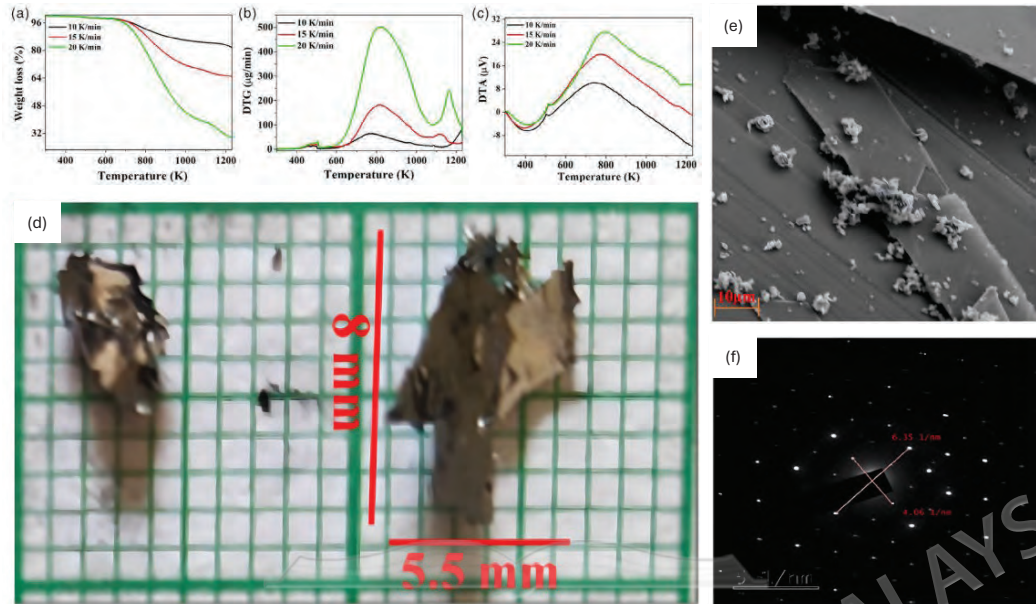
Prinsip asas proses pengangkutan wap kimia (CVT) melibatkan pergerakan sesuatu bahan pepejal melalui fasa gas di bawah pengaruh kecerunan suhu. Apabila suatu bahan pepejal berada dalam persekitaran dengan perbezaan suhu yang dikawal, sebahagian daripada bahan tersebut akan bertindakbalas atau berinteraksi dengan agen pengangkut untuk membentuk spesies meruap di kawasan bersuhu lebih tinggi. Spesies gas ini kemudian membaur menuju kawasan bersuhu lebih rendah, di mana ia terurai atau kembali kepada fasa pepejal, sekali gus menghasilkan pertumbuhan kristal. Walaupun proses pengangkutan ini tidak dapat diperhatikan secara langsung, mekanismenya dapat difahami melalui analisis komposisi fasa gas secara eksperimen dan penilaian termodinamik terhadap keseimbangan heterogen antara pepejal dan spesies wap yang terlibat. Pendekatan ini membolehkan seseorang menentukan bagaimana bahan tersebut disejat, diangkut, dan seterusnya mendap di lokasi lain dalam sistem yang mempunyai kecerunan suhu (Schmidt et al. 2013). Pembentukan kristal tunggal ReS<sub>2</sub>

menggunakan kaedah CVT telah dilaporkan oleh Atriya Ghetiya et. al. pada tahun 2021. Dalam kajian tersebut, serbuk Re dan S yang dicampur dalam nisbah stoikiometrik manakala iodin digunakan sebagai agen pengangkut. Campuran precursor diletakkan di bahagian hujung ampul sebagai zon cas, manakala hujung satu lagi menjadi zon pertumbuhan seperti ditunjukkan dalam **Rajah 2.18**.



Rajah 2.18 Skema eksperimen CVT untuk penghabluran pepejal dalam kecerunan suhu

**Rajah 2.19 (a)-(c)** masing-masing memaparkan lengkung termogavimetri (TG), pembezaan termogavimetri (DTG) dan analisis pembezaan terma (DTA) bagi kristal tunggal  $\text{ReS}_2$  pada kadar pemanasan 10, 15 dan 20  $\text{K min}^{-1}$ . Analisis ini menunjukkan bahawa penguraian terma  $\text{ReS}_2$  berlaku melalui dua peringkat utama, dengan kehilangan jisim serta kedudukan puncak terma yang bergantung kuat kepada kadar pemanasan akibat kesan lengah haba dan pemindahan haba yang terhad. Imej kristal  $\text{ReS}_2$  yang terhasil dapat dilihat dalam **Rajah 2.19 (d)**. Hablur tunggal  $\text{ReS}_2$  yang diperoleh mempunyai warna hitam coklat yang berkilau, dengan dimensi purata sekitar  $(8 \times 5.5 \times 2)$  mm. Kualiti hablur dihasilkan melalui kaedah ini adalah baik, seperti yang dibuktikan dengan kehadiran corak bintik pada imej pembelauan elektron TEM, seperti yang dipaparkan dalam **Rajah 2.19 (f)**. Walau bagaimanapun, kristal  $\text{ReS}_2$  yang dihasilkan melalui kaedah CVT adalah terhad kepada kristal pukal sahaja dan bukannya kepingan nipis. Selain itu, kaedah CVT juga boleh digandingkan dengan pelbagai jenis analisa terma seperti yang dilaporkan oleh Atriya Ghetiya et. al.



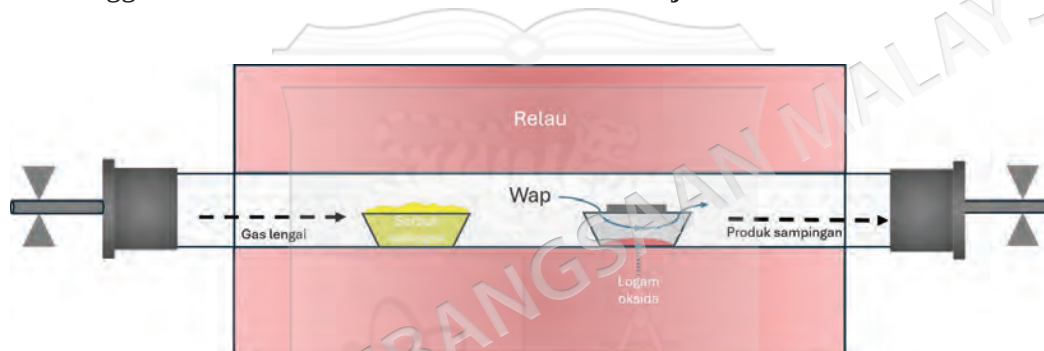
Rajah 2.19 Lengkung (a) TG, (b) DTG (c) dan (DTA) bagi hablur tunggal  $\text{ReS}_2$ . (d) Imej optikal, (e) Imej FESEM dan (f) corak SAED bagi kristal  $\text{ReS}_2$  yang ditumbuhkan menggunakan kaedah CVT

Sumber: (Ghetiya et al. 2021)

Walaupun kaedah CVT dan CVD melibatkan pengangkutan spesies dalam fasa gas dan pertumbuhan kristal di bawah pengaruh suhu, kedua-duanya berbeza dari segi mekanisme pertumbuhan. Bagi teknik CVT, bahan sumber pepejal bertindak balas dengan agen pengangkut untuk membentuk spesies meruap yang diangkut dari zon suhu tinggi ke zon suhu rendah sebelum mendap semula sebagai kristal. Sebaliknya, dalam kes CVD pula, bahan pelopor dalam bentuk gas atau wap mengalami tindak balas kimia atau terurai pada permukaan substrat untuk menghasilkan pemendapan bahan yang dikehendaki. Oleh itu, CVT lazimnya digunakan untuk menghasilkan kristal pukal berkualiti tinggi, manakala CVD lebih sesuai untuk sintesis filem nipis dan bahan dua dimensi secara terkawal pada permukaan substrat. Walaupun kedua-dua kaedah bergantung kepada fenomena pengangkutan jisim dalam fasa gas, peranan agen pengangkut, lokasi tindak balas utama, dan bentuk produk akhir yang dihasilkan adalah berbeza.

### 2.3.5 Pemendapan Wap Kimia (CVD)

Pemendapan wap kimia (CVD) boleh ditakrifkan sebagai proses pemendapan pada permukaan atau substrat yang dipanaskan hasil daripada tindakbalas kimia dalam fasa wap. Ia tergolong dalam kelas proses pemindahan wap yang bersifat atomistik, iaitu spesis yang terlibat dalam pemendapan terdiri daripada atom, molekul atau gabungan kedua-duanya (Pierson 1999). Teknik CVD menawarkan darjah kawalan yang tinggi terhadap ketebalan, saiz kristal, dan orientasi lapisan ReS<sub>2</sub>. Parameter seperti suhu, tekanan gas, nisbah pelopor, dan jenis substrat memainkan peranan penting dalam menentukan morfologi akhir (Cai et al. 2018). Ilustrasi prosedur pertumbuhan bahan 2D menggunakan kaedah CVD boleh dilihat dalam **Rajah 2.20**.

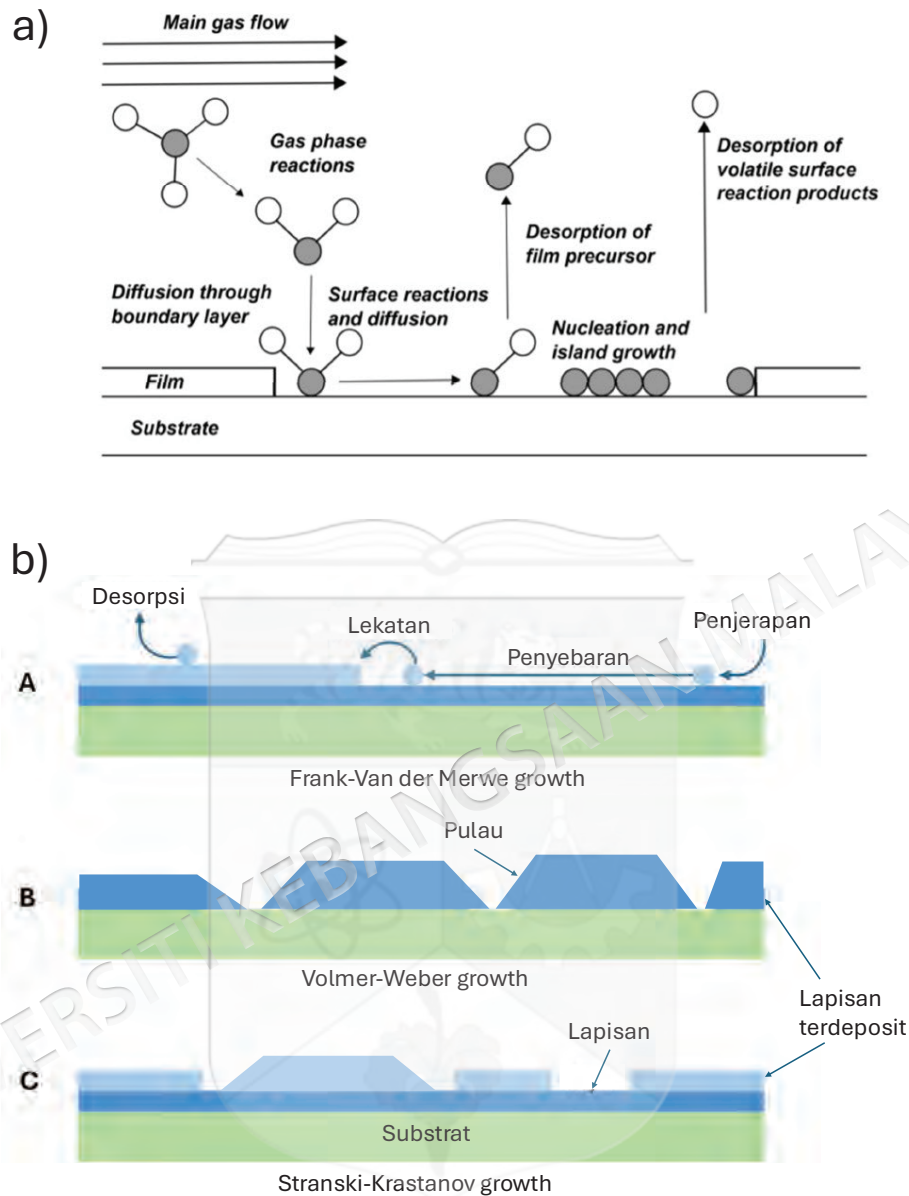


Rajah 2.20 Prinsip Kerja Pemendapan Wap Kimia

Sumber: (Tang et al. 2020)

Sintesis bahan menggunakan CVD melibatkan beberapa proses iaitu angkutan reaktan dalam fasa wap, penyerapan dan pelepasan pelopor pada permukaan, nukleasi dan pertumbuhan kristal yang melibatkan pelekatan dan pelepasan adatom, serta pembauran adatom pada permukaan (Zhang et al. 2016). Berdasarkan **Rajah 2.21**, serbuk kalkogen yang dipanaskan dalam relau akan mengalami pemejalwapan dan membentuk wap kalkogen, yang kemudiannya dibawa oleh gas lengai ke zon tindakbalas. Pada masa yang sama, logam oksida dipanaskan sehingga menghasilkan spesies logam reaktif dalam fasa wap. Campuran wap ini diangkut ke permukaan substrat, di mana spesies tersebut menjerap dan bertindakbalas secara kimia untuk membentuk nukleus. Pertumbuhan selanjutnya berlaku melalui pemendapan berterusan spesies wap pada permukaan substrat, menghasilkan lapisan nipis atau monolapisan bahan. Hasil sampingan tindakbalas dialirkan keluar daripada sistem oleh aliran gas lengai.

Secara umum, pertumbuhan filem nipis boleh berlaku melalui tiga mod utama bergantung pada keseimbangan tenaga permukaan dan tenaga antara muka. Dalam mod Frank–van der Merwe (FM), adatom yang tiba di permukaan substrat membasahi (wetting) substrat dengan baik lalu membentuk filem secara lapisan demi lapisan (layer-by-layer). Sebaliknya, mod Volmer–Weber (VW) berlaku apabila pembasahan substrat adalah lemah; adatom lebih cenderung berinteraksi sesama sendiri, menyebabkan pembentukan pulau 3D yang seterusnya membesar dan akhirnya boleh bercantum membentuk filem. Bagi mod Stranski–Krastanov (SK) pula, pertumbuhan bermula dengan satu atau beberapa lapisan 2D (*wetting layer*), namun selepas ketebalan tertentu, kesan tegasan/ketidakpadanan kisi (*strain*) menyebabkan pertumbuhan beralih kepada pembentukan pulau 3D di atas lapisan awal tersebut.. (Teyssandier et al. 1999). Mod pertumbuhan bahan 2D ditentukan oleh keseimbangan tenaga dan kinetik, di mana pertumbuhan lateral yang dominan menggalakkan mod lapisan demi lapisan yang sesuai untuk pembentukan monokristal bersaiz besar (Bhowmik et al. 2022).



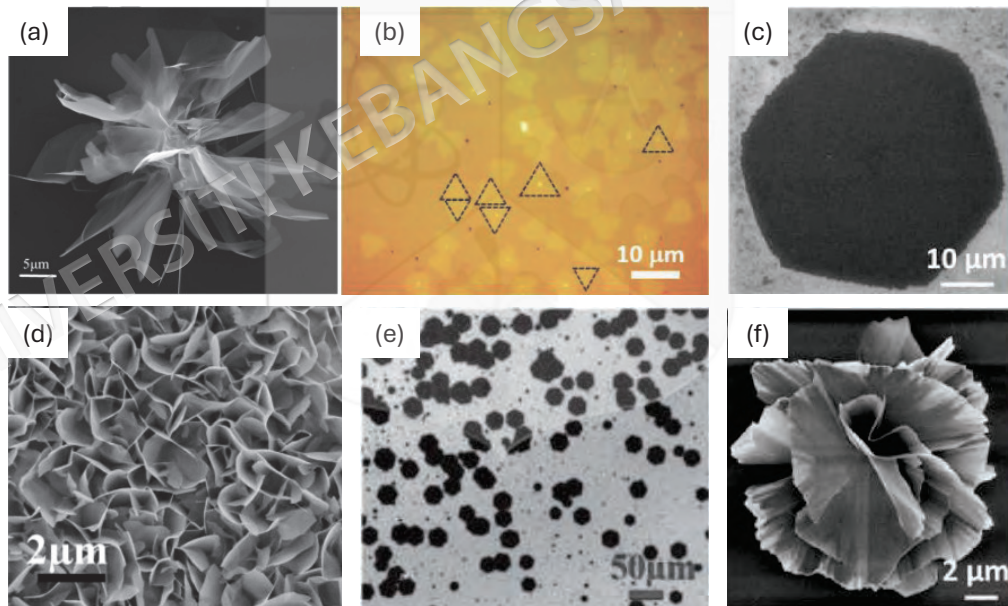
Rajah 2.21 (a) Proses-proses yang berlaku semasa pertumbuhan kristal menggunakan teknik CVD. Mod pertumbuhan (b)(A) lapisan demi lapisan (FvM), (B) pulau 3D (VW) dan (C) gabungan lapisan 2D dan pulau 3D (SK).

Sumber: (Bhowmik et al. 2022; García 2018)

#### a. Kesan Parameter CVD Terhadap Morfologi $\text{ReS}_2$

Kepingan  $\text{ReS}_2$  dengan morfologi yang pelbagai seperti planar, menegak, dan condong telah dilaporkan (**Rajah 2.22**). Morfologi kepingan yang terhasil sangat bergantung kepada parameter CVD seperti suhu, tempoh pertumbuhan, jenis substrat,

dan bahan pelopor, seperti yang ditunjukkan dalam **Jadual 2.2**. Secara umumnya, pertumbuhan kepingan planar seperti segi tiga atau heksagon lazimnya dikaitkan dengan pertumbuhan lateral yang dominan di atas substrat, manakala pembentukan struktur menegak seperti dendritik atau seakan-akan bunga berlaku apabila nukleasi menegak atau pertumbuhan luar satah menjadi lebih dominan. Walau bagaimanapun, berdasarkan tinjauan literatur sedia ada, hubungan sistematik antara suhu substrat dan jarak pelopor-substrat terhadap morfologi  $\text{ReS}_2$  menggunakan relau zon tunggal masih belum dikaji secara komprehensif. Oleh itu, kajian terhadap kedua-dua parameter ini dijadikan sebagai objektif pertama. Seterusnya, kesan kepekatan wap Re dan suhu substrat terhadap mod pertumbuhan kepingan  $\text{ReS}_2$  akan dibincangkan dengan lebih lanjut (objektif ke-2). Dalam kajian ini, kaedah CVD dipilih sebagai kaedah utama kerana keupayaannya menawarkan kawalan parameter dan keboleholuan yang lebih baik berbanding teknik lain. Selain itu, kaedah pengelupasan mekanikal turut dipilih untuk menghasilkan sampel rujukan yang berkualiti tinggi.



Rajah 2.22 Pelbagai morfologi  $\text{ReS}_2$ : (a) berbentuk bunga, (b) Segi tiga (terpotong), (c) Heksagon, (d) menegak, (e) campuran heksagon dan platelet, (f) berbentuk bunga di atas heksagon.

Sumber: (Chen et al. 2017; Gao et al. 2016; Keyshar et al. 2015; Li, Cui, et al. 2016; Wu et al. 2016)

Jadual 2.2 Ringkasan kombinasi parameter pertumbuhan yang mempengaruhi pembentukan morfologi bahan 2D dalam proses CVD

| Pelopor                               | Substrat             | Suhu pertumbuhan (°C) | Tempoh Pertumbuhan (min) | Morfologi             | Rujukan                      |
|---------------------------------------|----------------------|-----------------------|--------------------------|-----------------------|------------------------------|
| Re, S                                 | SiO <sub>2</sub> /Si | 750                   | 10                       | Heksagon/nanoreben    | (He et al. 2015)             |
| NH <sub>4</sub> ReO <sub>4</sub> , S  | SiO <sub>2</sub> /Si | 450                   | 20                       | Dendritik heksagon    | (Keyshar et al. 2015)        |
| ReO <sub>3</sub> , S                  | SiO <sub>2</sub> /Si | 450-850               | 30                       | Kepingan menegak      | (Gao et al. 2016)            |
| ReO <sub>3</sub> , S                  | Mica                 | 500-800               | 3                        | Heksagon              | (Li, Cui, et al. 2016)       |
| NH <sub>4</sub> ReO <sub>4</sub> , S  | Nilam                | 490-520               | 25                       | Triangular / Heksagon | (Wu et al. 2016)             |
| NH <sub>4</sub> ReO <sub>4</sub> , S  | Pt/SiO <sub>2</sub>  | 850                   | 30                       | Kepingan menegak      | (Chen et al. 2017)           |
| Re <sub>2</sub> O <sub>7</sub> /Re, S | Mica                 | 600                   | -                        | Filem                 | (Qin, Shao, Li, et al. 2017) |
| Re/Te, S                              | Mica                 | 650                   | 15                       | Kepingan menegak      | (Guo et al. 2019)            |
| ReO <sub>3</sub> , S                  | Kain Karbon          | 750                   | 40                       | Kepingan menegak      | (Zhao et al. 2020)           |
| ReO <sub>3</sub> , S                  | Mica                 | 600-700               | -                        | Filem                 | (Sun et al. 2023)            |
| Re+SC, S                              | SiO <sub>2</sub>     | 550-750               | 1                        | Triangular / Heksagon | (Salazar et al. 2024)        |

## 2.4 PERANTI BERASASKAN ReS<sub>2</sub> UNTUK APLIKASI FOTOPENGESANAN

Jadual 2.3 menunjukkan ringkasan dan perbandingan prestasi elektrik peranti fotopengesan berasaskan kepingan ReS<sub>2</sub>. Bagi ReS<sub>2</sub> yang disintesis melalui kaedah CVD, nilai mobiliti pembawa yang dilaporkan menunjukkan julat yang besar, iaitu serendah 0.13 cm<sup>2</sup>V<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup> sehingga mencecah sekitar 40 cm<sup>2</sup>V<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>, bergantung kepada konfigurasi peranti sama ada get-atas, get-bawah atau get-gel-ion. Walaupun beberapa peranti CVD mampu mencapai nisbah buka/tutup yang tinggi sehingga 10<sup>6</sup>, fotoresponsiviti yang dilaporkan adalah berbeza-beza daripada kurang daripada 1 A/W hingga ratusan A/W. Julat yang besar ini menunjukkan bahawa prestasi peranti juga sangat bergantung kepada kualiti dan morfologi kepingan ReS<sub>2</sub>.

Bagi ReS<sub>2</sub> yang diperoleh melalui kaedah pertumbuhan kristal pukal seperti kaedah Bridgman dan CVT, mobiliti pembawa adalah agak tinggi iaitu 23.1 dan 79.1 cm<sup>2</sup>V<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>. Walau bagaimanapun, kaedah ini memerlukan tempoh sintesis yang

panjang, yang boleh mengambil masa sehingga beberapa hari atau minggu. Disamping itu, ReS<sub>2</sub> yang diperoleh melalui pengelupasan mekanikal pula menunjukkan prestasi terbaik, dengan nisbah buka/tutup sehingga  $10^8$  dan fotoresponsiviti yang sangat tinggi, mencecah 88,600 A/W. Prestasi yang luar biasa ini dikaitkan dengan struktur kristal yang hampir ideal serta ketiadaan sempadan ira (grain boundary) pada kepingan. Walau bagaimanapun, kaedah ini hanya sesuai untuk skala kecil seperti kajian asas dan R&D.

Secara keseluruhannya, perbezaan ketara dalam prestasi elektrik yang dilaporkan bagi peranti ReS<sub>2</sub> sangat berkait rapat dengan kualiti kristal dan morfologi pada skala mikroskopik. Kehadiran kecacatan kristal, sempadan ira dan morfologi yang tidak seragam boleh meningkatkan penyerakan terhadap aliran cas pembawa semasa merentasi saluran peranti, seterusnya menurunkan mobiliti dan kecekapan peranti. Oleh itu, pemahaman mendalam terhadap mekanisme pertumbuhan ReS<sub>2</sub> serta kebergantungan parameter pertumbuhan terhadap kualiti, saiz dan morfologi kepingan adalah amat penting bagi mengoptimumkan prestasi elektrik dan fotopengesanan. Oleh itu, objektif ke-3 kajian ini dirangka untuk mengkaji keupayaan fotorespon peranti ReS<sub>2</sub> melalui analisis ciri arus-voltan (*I-V*) di bawah pencahayaan laser. Meskipun hanya penilaian *I-V* dijalankan dalam kajian ini, nilai fotoresponsiviti yang dirangkumkan dalam Jadual 2.3 adalah penanda aras prestasi yang penting bagi memberikan gambaran tentang potensi peranti ReS<sub>2</sub> untuk aplikasi optoelektronik.

Jadual 2.3 Ringkasan prestasi elektrik fotopengesan berasaskan  $\text{ReS}_2$  yang dilaporkan dalam literatur.

| Kaedah sintesis        | Jenis peranti        | Mobiliti Pembawa ( $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ ) | Fotoresponsiviti ( $\text{AW}^{-1}$ ) | Nisbah buka/tutup | Rujukan                      |
|------------------------|----------------------|--------------------------------------------------------------|---------------------------------------|-------------------|------------------------------|
| CVD                    | FET (get-atas)       | 1                                                            | 16.14                                 | $10^6$            | (Zhang et al. 2015)          |
| CVD                    | FET (get-belakang)   | 30                                                           | 604                                   | $10^2$ - $10^3$   | (Hafeez et al. 2016)         |
| CVD                    | FET (get-belakang)   | 40                                                           | 12                                    | $10^6$            | (Li, Cui, et al. 2016)       |
| CVD                    | FET (get gel ion)    | 0.13                                                         | -                                     | $\sim 10^5$       | (Kim et al. 2017)            |
| CVD                    | FET (get-belakang)   | 0.27                                                         | 0.98                                  | $10^3$            | (Qin, Shao, Li, et al. 2017) |
| CVD                    | Peranti dua terminal | -                                                            | 21.05                                 | -                 | (Lim et al. 2019)            |
| Kaedah Bridgman        | FET                  | 79.1                                                         | -                                     | 750               | (Jariwala et al. 2016)       |
| CVT                    | FET                  | 23.1                                                         | -                                     | $10^6$            | (Lin et al. 2015)            |
| Pengelupasan mekanikal | FET                  | 5 - 30                                                       | 88,600                                | $10^8$            | (Liu, Long, et al. 2016)     |
| Pengelupasan mekanikal | FET (get-belakang)   | 29.52                                                        | 111.12                                | $10^2$            | (Park et al. 2022)           |
| Pengelupasan mekanikal | Peranti dua terminal | 11.4                                                         | 102.5                                 | $10^3$            | (Gao et al. 2023)            |
| LPCVD                  | Peranti dua terminal | -                                                            | 0.034                                 | -                 | (Sun et al. 2023)            |

## BAB III

### METODOLOGI PENYELIDIKAN

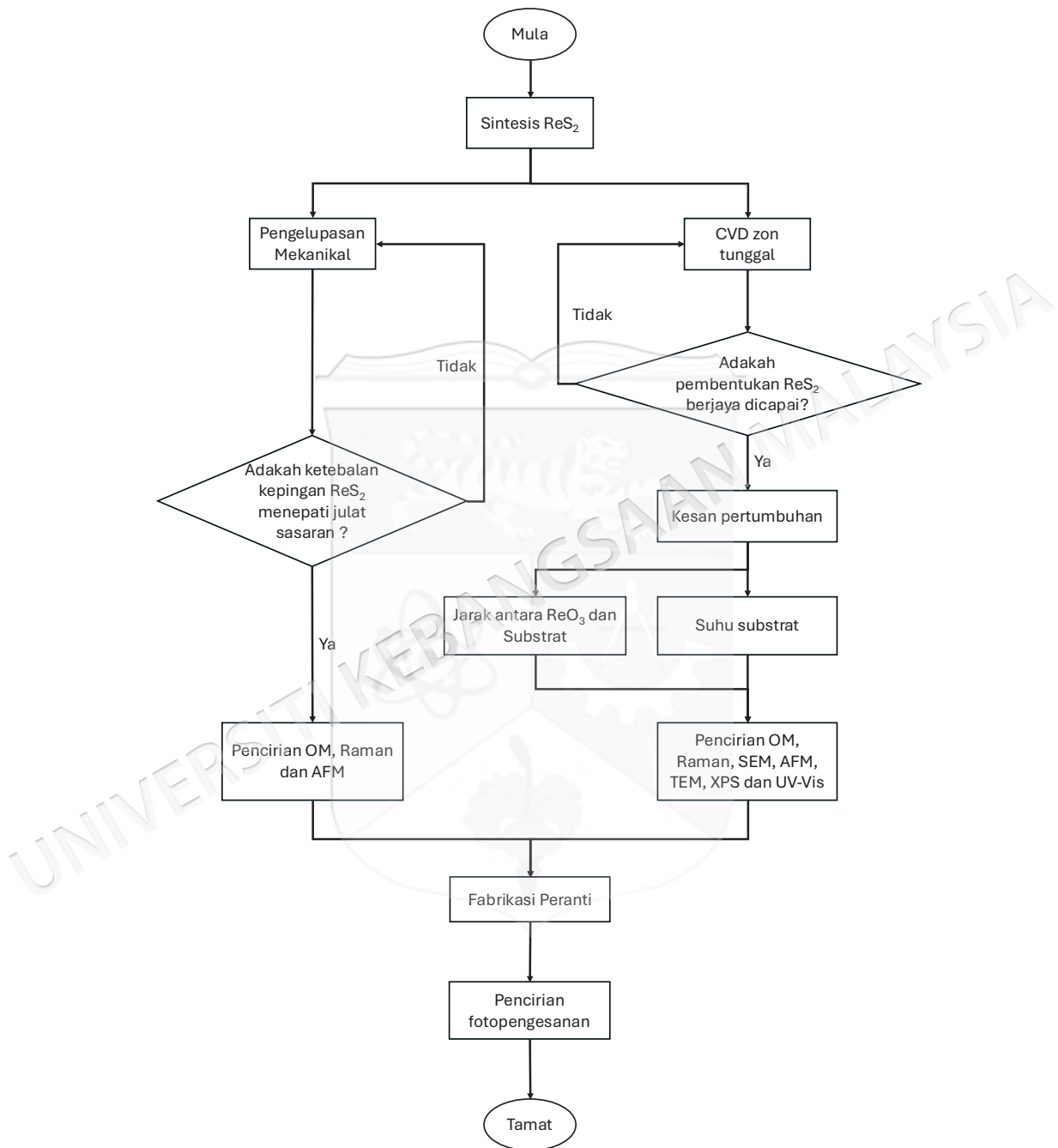
#### 3.1 PENGENALAN

Bab ini akan membincangkan kaedah sintesis  $\text{ReS}_2$  menggunakan pemendapan wap kimia (CVD) zon pemanasan tunggal untuk menghasilkan kepingan kristal  $\text{ReS}_2$ . Disenaraikan dalam bab ini, carta alir aktiviti kajian, bahan kimia serta instrumentasi yang digunakan. Pencirian berasaskan pengimejan, spektroskopi, dan topografi permukaan sampel  $\text{ReS}_2$  akan dibincangkan. Pencirian fotopengesan yang difabrikasi menggunakan kepingan  $\text{ReS}_2$  juga akan dilaporkan.

#### 3.2 CARTA ALIR

Fokus utama tesis ini adalah pada sintesis dan pencirian bahan  $\text{ReS}_2$ . Tujuan utama kajian ini adalah untuk memperoleh kepingan nano  $\text{ReS}_2$  yang berkualiti tinggi dengan morfologi dan ketebalan yang sesuai, khususnya bagi aplikasi pengesanan cahaya. Metodologi kajian telah diringkaskan seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 3.1**. Bahagian pertama ialah sintesis kepingan  $\text{ReS}_2$  menggunakan kaedah pengelupasan mekanikal daripada  $\text{ReS}_2$  pukal komersial untuk dijadikan rujukan. Pencirian terhadap kepingan  $\text{ReS}_2$  ini telah dijalankan menggunakan OM, spektroskopi Raman, AFM, serta pencirian elektrik. Bahagian kedua pula ialah sintesis menggunakan teknik CVD. Dua parameter yang dikaji ialah kesan suhu substrat dan jarak antara pelopor  $\text{ReO}_3$  dengan substrat. Sebanyak enam teknik pencirian telah digunakan: OM dan spektroskopi Raman untuk pengesanan awal struktur, SEM dan TEM bagi pemerhatian morfologi dan struktur kristal, AFM untuk pengukuran ketebalan kepingan, serta UV-Vis bagi analisis sifat serapan optik. Seterusnya, peranti fotopengesan telah difabrikasi menggunakan kaedah pemindahan kering ke atas elektrod pra-corak, dan diuji bagi

menilai prestasi fotoelektrik melalui perbandingan arus dalam keadaan gelap dan bercahaya.



Rajah 3.1 Carta alir metodologi kajian utama

### 3.3 BAHAN KIMIA DAN INSTRUMENTASI

Berdasarkan carta alir dalam Rajah 3.1, setiap peringkat dalam kajian ini memerlukan peralatan dan bahan-bahan khusus. Peringkat-peringkat tersebut merangkumi penyediaan sampel, sintesis, pengimejan, pencirian optikal, pencirian sinar-X, fabrikasi, dan pencirian elektrik. Senarai lengkap bahan kimia dan instrumen yang digunakan dalam kajian ini ditunjukkan dalam Jadual 3.1 dan Jadual 3.2.

Jadual 3.1 Senarai substrat dan bahan kimia

| Bahan kimia (ketulenan)                  | Pembekal                   | Fungsi               |
|------------------------------------------|----------------------------|----------------------|
| Aseton                                   | Merck                      | Pembersihan substrat |
| IPA                                      | Merck                      | Pembersihan substrat |
| Serbuk $\text{ReO}_3$ (99%)              | Sigma Aldrich              | Sintesis             |
| Serbuk Sulfur (99%)                      | Sigma Aldrich              | Sintesis             |
| Substrat 300 nm $\text{SiO}_2/\text{Si}$ | Taewon Scientific Co., LTD | Sintesis             |
| Substrat berelektrod Pt                  | Ossila                     | Fabrikasi peranti    |
| $\text{ReS}_2$ pukal                     | 2Dsemiconductors.com       | Sintesis             |

Jadual 3.2 Senarai instrumen dan peralatan

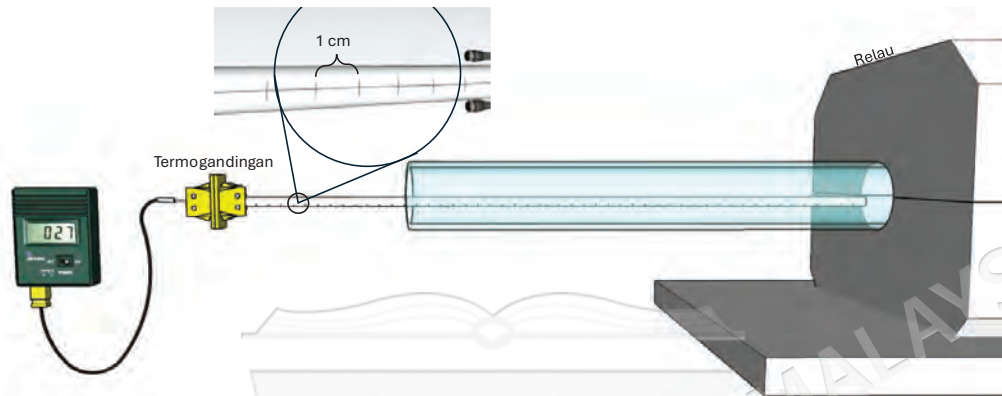
| Peralatan                   | Model           | Jenama                   | Fungsi                            |
|-----------------------------|-----------------|--------------------------|-----------------------------------|
| Mikroskop Optik             | Tersuai         | -                        | Pengimejan/Fabrikasi              |
| Spektroskopi Raman          | DXR2Xi          | Thermo Scientific        | Pencirian optikal                 |
| FESEM                       | Supra 55 VP     | Zeiss                    | Pengimejan                        |
| TEM                         | Talos L120C     | Thermo Fisher Scientific | Pengimejan beresolusi tinggi      |
| AFM                         | Dimension Edge  | Bruker                   | Pengimejan permukaan              |
| XPS                         | Kratos Shimadzu | Axis Ultra DLD           | Pencirian sifat kimia             |
| UV-Vis                      | Lambda 950      | Pelkin Elmer             | Pencirian sifat optik             |
| 2 point-probe measurement   | Keithley 2635B  | Keithley                 | Perincian elektrik                |
| Relau zon pemanasan tunggal | -               | MV Lab                   | Sintesis - CVD                    |
| Tiub kuarza besar (25 mm)   | -               | -                        | Sintesis - CVD                    |
| Tiub kuarza kecil (10 mm)   | -               | -                        | Sintesis - CVD                    |
| Bot alumina                 | -               | -                        | Sintesis - CVD                    |
| Pita pelekat                | -               | Nitto                    | Sintesis – Pengelupasan Mekanikal |
| Filem gel Si                | PF-20-X4        | Gel-Pak                  | Sintesis – Pengelupasan Mekanikal |

### 3.4 SINTESIS $\text{ReS}_2$ MENGGUNAKAN CVD

#### 3.4.1 Penentuan Suhu Relau

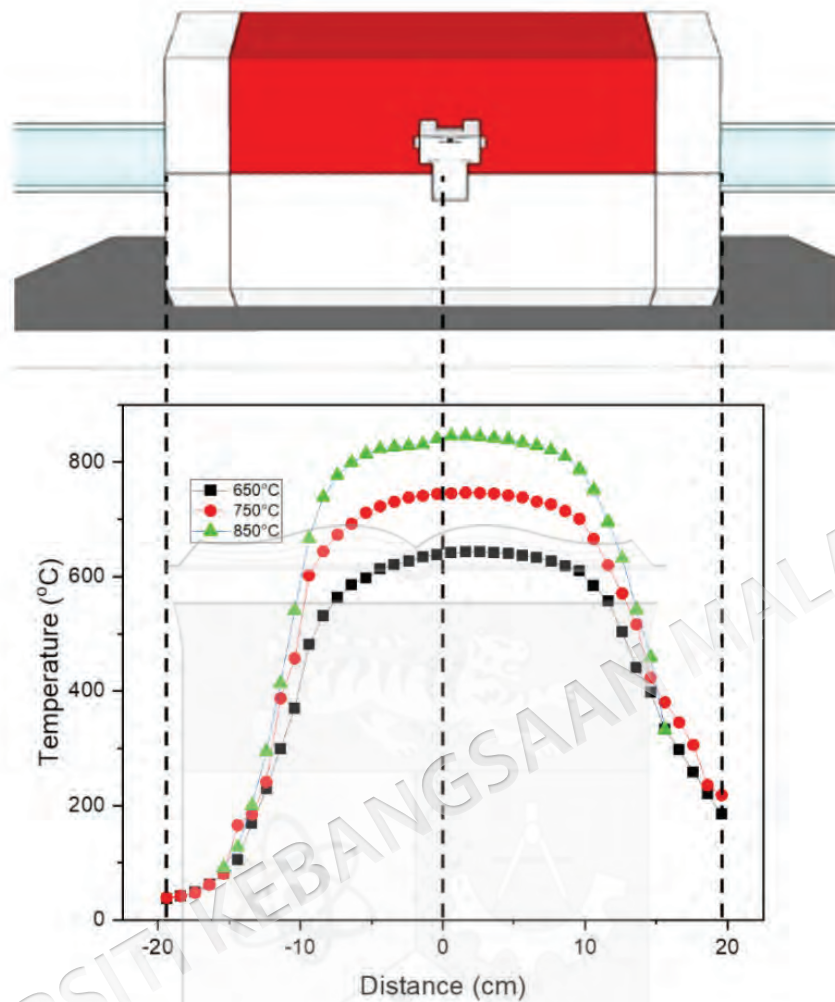
Sebelum menggunakan relau untuk proses pertumbuhan kepingan  $\text{ReS}_2$ , penentuan terhadap suhu di dalam tiub kuarza perlu dilakukan terlebih dahulu. Penentuan dilakukan dengan menggunakan termogandingan, seperti yang dilakarkan dalam **Rajah 3.2**. Dalam keadaan hujung tiub terbuka, relau tersebut dipanaskan kepada suhu 650, 750 dan 850 °C. Berdasarkan tinjauan literatur yang diringkaskan dalam Jadual 2.2, suhu pertumbuhan  $\text{ReS}_2$  yang lazim dilaporkan berada dalam julat 450–800 °C. Walau bagaimanapun, dalam kajian ini, suhu pertumbuhan ditetapkan pada julat yang lebih tinggi, iaitu melebihi 650 °C, kerana suhu yang rendah lazimnya menghasilkan ketumpatan kecacatan yang tinggi serta kualiti kristal yang rendah. Keadaan ini berlaku kerana adatom mempunyai tenaga yang terhad untuk bergerak di atas permukaan

substrat semasa proses pertumbuhan. Sebanyak 32 titik data dengan jarak 1 cm telah direkodkan dalam penentuan ini bagi menghasilkan profil pemanasan bagi setiap suhu tersebut sekaligus membolehkan kesan jarak pelopor-substrat dikaji secara sistematik selaras dengan objektif penyelidikan.



Rajah 3.2 Kaedah Penentuan suhu relau

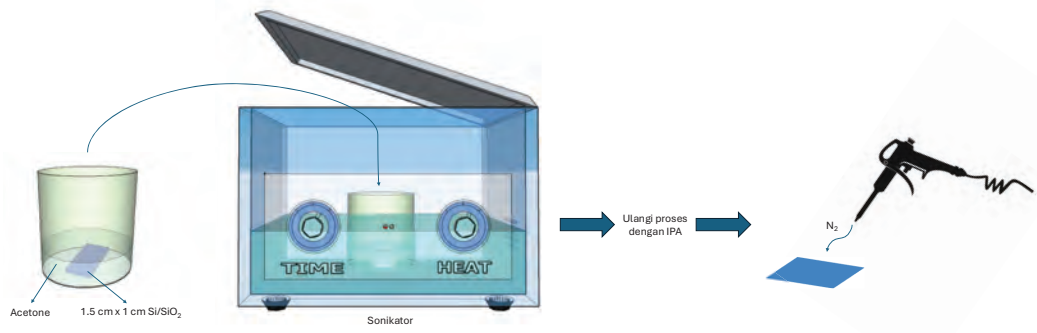
Profil suhu merentasi tiub bagi suhu 650, 750 dan 850 °C telah digabungkan dalam satu graf seperti ditunjukkan dalam **Rajah 3.3**. Berdasarkan profil suhu ini, suhu substrat, serbuk S dan serbuk  $\text{ReO}_3$  boleh ditunjukkan dengan lebih tepat. Profil suhu juga menunjukkan bahawa suhu menurun dengan ketara apabila menghampiri hujung relau.



Rajah 3.3 Profil suhu di sepanjang tiub kuarza pada suhu relau 650, 750 dan 850 °C

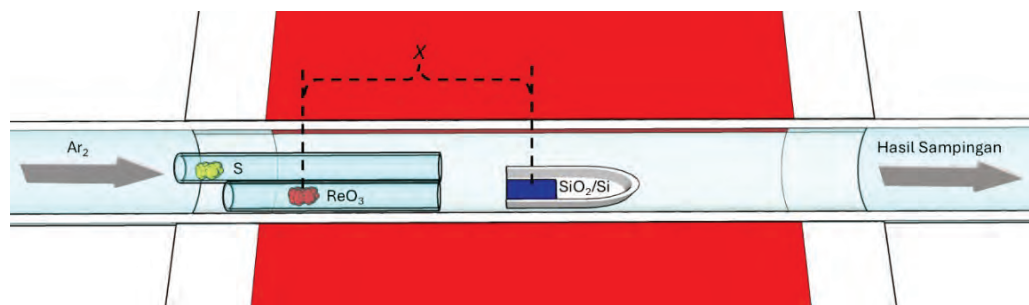
### 3.4.2 Proses Sintesis CVD Zon Tunggal

Sebelum proses sintesis dilakukan, penyediaan substrat perlu dilakukan terlebih dahulu. Pertama, substrat  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  dipotong kepada saiz  $\sim 1.5 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$ . Seterusnya, substrat ini direndam dalam bikar yang mengandungi larutan aseton. Bikar tersebut diletakkan ke dalam pembersih ultrasonik untuk melalui proses sonikasi selama 10 minit. Setelah selesai sonikasi, substrat itu dipindahkan ke dalam bikar lain yang mengandungi larutan IPA dan melalui proses sonikasi selama 15 minit. Apabila proses sonikasi telah selesai, substrat kemudiannya dikeringkan menggunakan semburan gas nitrogen. Keseluruhan proses penyediaan substrat ditunjukkan di dalam **Rajah 3.4**.



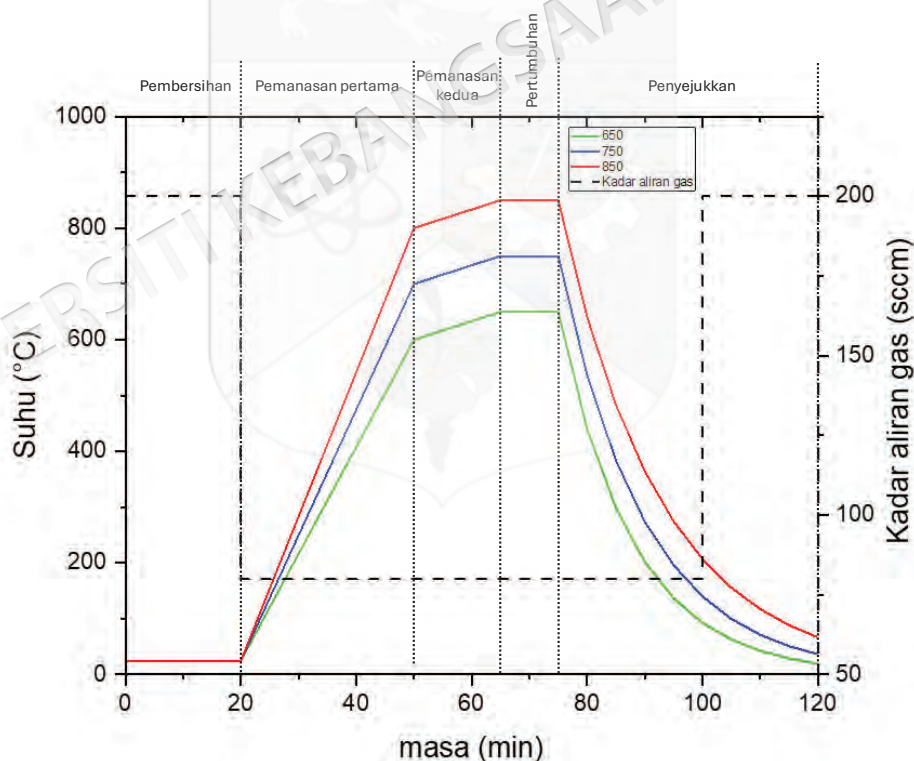
Rajah 3.4 Proses keseluruhan pembersihan substrat  $\text{SiO}_2/\text{Si}$

Seterusnya, serbuk renium trioksida ( $\text{ReO}_3$ ) dan serbuk sulfur ( $\text{S}$ ) masing-masing ditimbang sebanyak 15 mg dan 150 mg, sebelum dimasukkan ke dalam tiub kuarza kecil yang berasingan. Ini bertujuan untuk mengelakkan tindakbalas awal dan kontaminasi silang antara prekursor sebelum tiba di kawasan substrat. Substrat  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  yang telah dibersihkan kemudiannya diletakkan di dalam bot alumina dengan permukaan lapisan  $\text{SiO}_2$  menghadap ke atas. Tiub kuarza kecil yang berisi serbuk tersebut seterusnya dimasukkan ke dalam tiub pertumbuhan, dengan serbuk  $\text{S}$  ditempatkan pada jarak 13 cm daripada tengah relau. Bot alumina yang mengandungi substrat diletakkan tepat di bahagian tengah relau di mana kedudukan bahagian tengah substrat berada sejajar dengan pusat pemanasan seperti dilakarkan dalam **Rajah 3.5**. Jarak antara serbuk  $\text{ReO}_3$  dan substrat diubah pada nilai  $x = 8, 10$ , dan  $11 \text{ cm}$  untuk mengubah kadar kepekatan bahan pelopor  $\text{Re}$ . Jarak  $11 \text{ cm}$  ditetapkan sebagai jarak maksimum kerana suhu pada kedudukan  $>11 \text{ cm}$  adalah  $<400^\circ\text{C}$  iaitu dibawah suhu penguraian  $\text{ReO}_3$ .



Rajah 3.5 Skematik keratan rentas sistem CVD yang digunakan untuk mensintesis kepingan nano  $\text{ReS}_2$

Prosedur sintesis  $\text{ReS}_2$  merangkumi beberapa langkah iaitu pembersihan, kenaikan suhu pertama, kenaikan suhu kedua, pertumbuhan, dan penyejukan. Proses pembersihan dijalankan dengan mengalirkan gas argon yang lengai ke dalam tiub pertumbuhan dengan kadar aliran yang tinggi (200 sccm) selama 20 minit bagi memastikan semua bendasing dan kelembapan disingkirkan daripada tiub. Seterusnya, kenaikan suhu pertama dilakukan dengan kadar pemanasan yang pantas dari suhu bilik sehingga mencapai  $50^\circ\text{C}$  sebelum suhu pertumbuhan ( $650$ ,  $750$  dan  $850^\circ\text{C}$ ). Langkah ini diikuti dengan kenaikan suhu kedua dengan kadar pemanasan yang lebih perlahan untuk memastikan suhu lajak yang minimum. Selepas itu, suhu pertumbuhan dikekalkan selama 10 minit bagi membolehkan pertumbuhan berlaku dengan kadar aliran gas pembawa argon 80 sccm. Akhir sekali, proses penyejukan dilakukan secara semula jadi sehingga mencapai suhu bilik. Resepi pertumbuhan dirumuskan dalam **Rajah 3.6**.



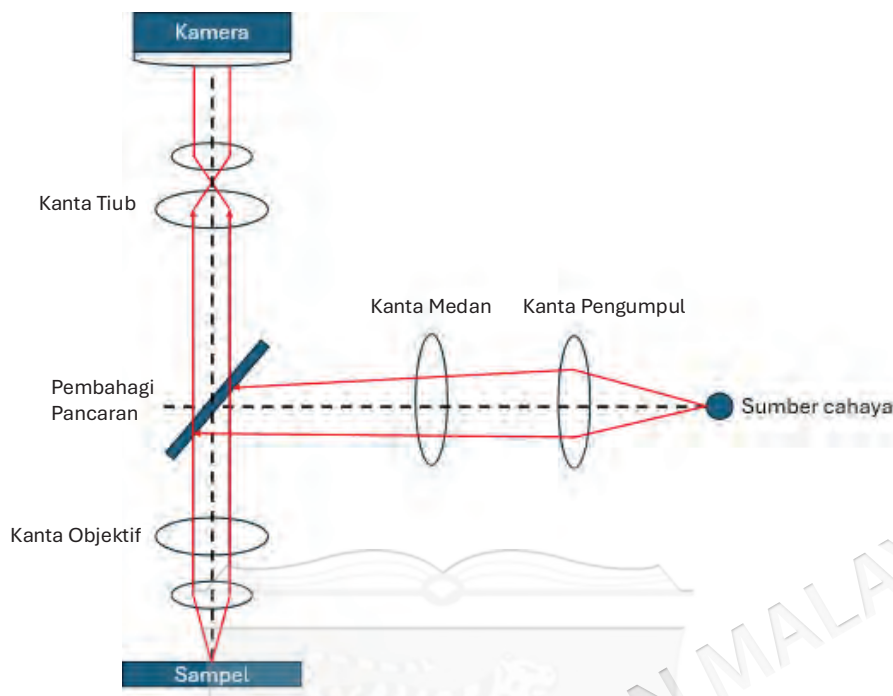
Rajah 3.6 Profil suhu relau (garis berwarna) dan kadar aliran gas pembawa (garis putus) yang digunakan dalam sintesis kepingan  $\text{ReS}_2$ .

### 3.5 TEKNIK PENCIRIAN

Beberapa kaedah pencirian telah dijalankan bagi menilai sifat fizikal, kimia, optikal, dan elektrik kepingan  $\text{ReS}_2$  yang telah disintesis. Untuk pencirian sifat fizikal dan kimia, pelbagai peralatan digunakan termasuk mikroskop optik (OM), mikroskop elektron imbasan pancaran medan dengan spektroskopi sinar-X penyebaran tenaga (FESEM-EDS), mikroskop elektron penghantaran bersama corak pembelauan elektron kawasan terpilih (TEM-SAED), mikroskop daya atom (AFM), spektroskopi Raman, dan spektroskopi fotoelektron sinar-X (XPS). Seterusnya, sifat optikal dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis, manakala sifat elektrik dikaji melalui sistem pengukuran arus-voltan (I–V). Penerangan yang lebih terperinci mengenai setiap teknik pencirian ini dibincangkan dalam bahagian seterusnya.

#### 3.5.1 Mikroskop Optik (OM)

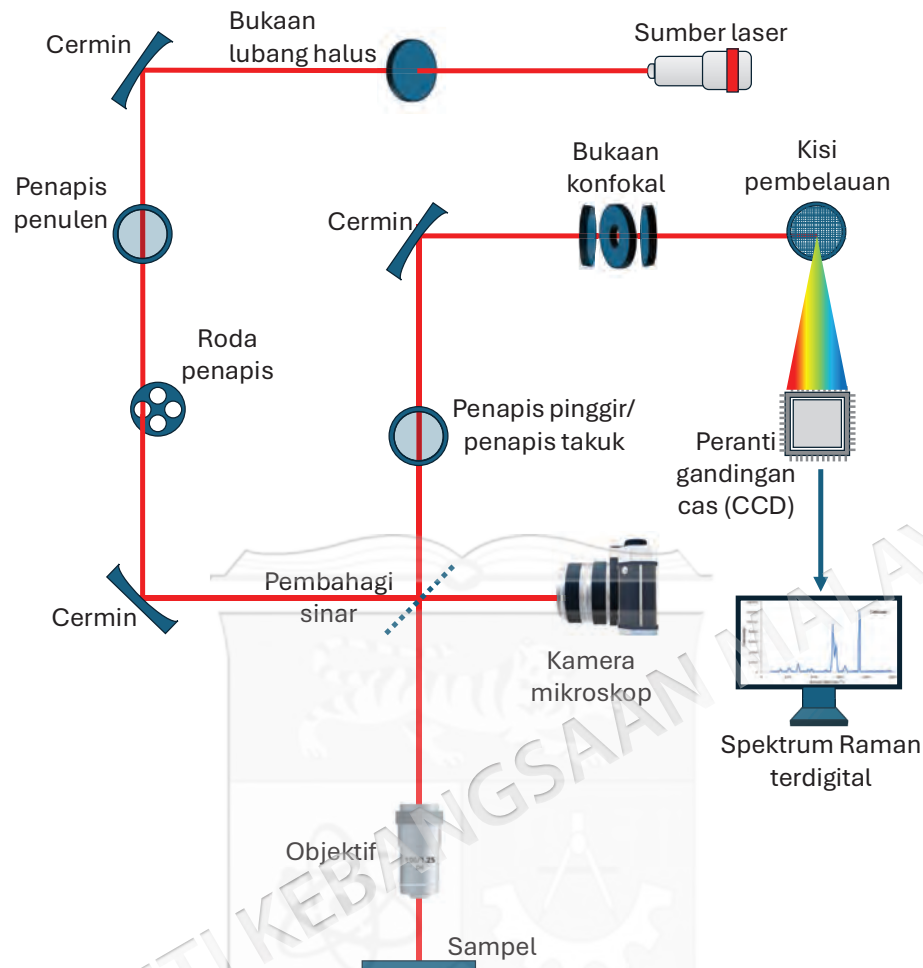
Analisis awal terhadap sampel dijalankan menggunakan mikroskop optik bagi memerhati morfologi dan taburan kepingan dan deposit yang diperoleh. Kaedah ini merupakan langkah pertama dalam analisis pencirian sebelum meneruskan kepada analisis lanjut. Prinsip asas mikroskop optik adalah berdasarkan pembiasan dan pembesaran cahaya tampak yang dipantulkan daripada permukaan sampel. Sumber cahaya dihantar melalui sistem kanta objektif dan kanta okular untuk menghasilkan imej yang diperbesarkan pada satah fokus tertentu. Imej yang diperoleh membolehkan penilaian awal terhadap kualiti dan ciri fizikal sampel, termasuk keseragaman lapisan, bentuk kepingan, serta kehadiran kepingan pada permukaan sampel. **Rajah 3.7** menunjukkan ilustrasi skematik mikroskop optik dan prinsip asas operasinya. Dalam kajian ini, pemerhatian dijalankan menggunakan kanta objektif 5×, 10×, 20×, dan 50×.



Rajah 3.7 Ilustrasi skematik mikroskop optik yang menunjukkan laluan cahaya dan konfigurasi kanta..

### 3.5.2 Spektroskopi Raman

Analisis spektroskopi Raman dijalankan menggunakan sistem spektroskopi mikro-Raman sefokus (Thermos scientific, DXR2Xi). Kaedah ini digunakan untuk mengesahkan kehadiran mod getaran yang unik bagi bahan  $\text{ReS}_2$ , mengenal pasti fasa kristal dan menilai keseragaman lapisan. Sumber pengujaan yang digunakan ialah laser dengan panjang gelombang 532 nm dengan kuasa laser yang rendah untuk mengelakkan kerosakan pada kepingan  $\text{ReS}_2$  semasa pencirian. Pengukuran dijalankan menggunakan kanta objektif 100x untuk memperoleh titik laser  $\sim 1 \mu\text{m}$ . Julat panjang gelombang yang diukur adalah antara 50 hingga  $3400 \text{ cm}^{-1}$ , yang meliputi pelbagai mod getaran unik  $\text{ReS}_2$  seperti  $E_g$ ,  $A_g$ , dan  $C_p$ .



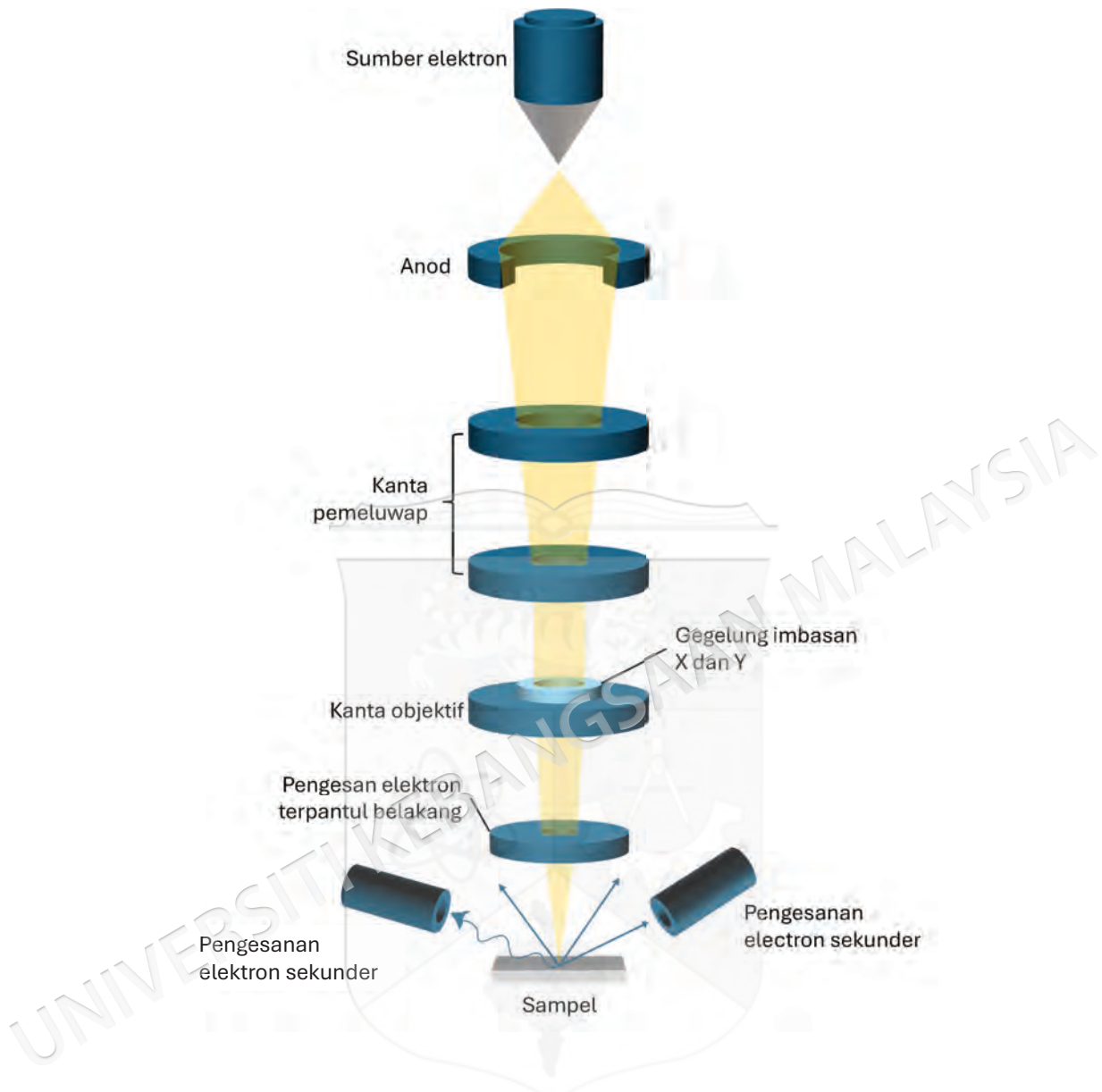
Rajah 3.8 Rajah skematik sistem spektroskopi Raman yang menggambarkan pancaran laser pengujian, proses hamburan, dan pengesanan cahaya anjakan Raman bagi analisis mod getaran bahan.

**Rajah 3.8** menunjukkan mekanisme asas sistem spektroskopi Raman yang digunakan dalam kajian ini. Secara prinsipnya, apabila pancaran laser mengenai sampel, sebahagian besar cahaya akan terserak secara elastik (serakan Rayleigh), manakala sebahagian kecil ( $<0.000001\%$ ) akan terserak secara tak elastik, menghasilkan serakan Raman. Serakan Raman ini terjadi akibat getaran atom dalam kekisi kristal apabila berinteraksi dengan cahaya laser. Dalam sistem ini, cahaya laser difokuskan ke atas sampel menggunakan kanta objektif dengan pembesaran tinggi. Cahaya yang terpantul kemudiannya ditapis penuras takik (notch filter) untuk menyingkirkan serakan Rayleigh, manakala serakan Raman dihantar ke parutan pembelauan (diffraction grating) yang membelau cahaya mengikut panjang gelombang.

Akhirnya, pengesan CCD mengesan isyarat Raman dan menghantarnya ke komputer untuk menghasilkan spektrum Raman.

### 3.5.3 Mikroskopi Elektron Imbasan Pancaran Medan (FESEM) dengan Spektroskopi Sinar-X Penyebaran Tenaga (EDS)

Pencirian morfologi dan komposisi bahan telah dijalankan menggunakan sistem mikroskop elektron imbasan pancaran medan (FESEM, Zeiss Supra 55VP, 2008) yang dilengkapi dengan spektroskopi sinar-X penyebaran tenaga (EDS). Pengimejan dilakukan dengan voltan pecutan 2.0 kV dan arus pancaran 10  $\mu$ A. Untuk analisis komposisi unsur, teknik EDS digunakan bagi mengenalpasti kehadiran dan taburan unsur Re dan S pada permukaan sampel. **Rajah 3.9** menunjukkan skematik sistem FESEM-EDS. Dalam sistem ini, pancaran elektron yang dijana oleh senapang elektron difokuskan melalui kanta kondenser dan kanta objektif sebelum mengenai permukaan sampel. Hasil interaksi elektron sekunder serta sinar-X kemudiannya dikesan oleh pengesan masing-masing untuk diterjemahkan kepada imej dan komposisi bahan.

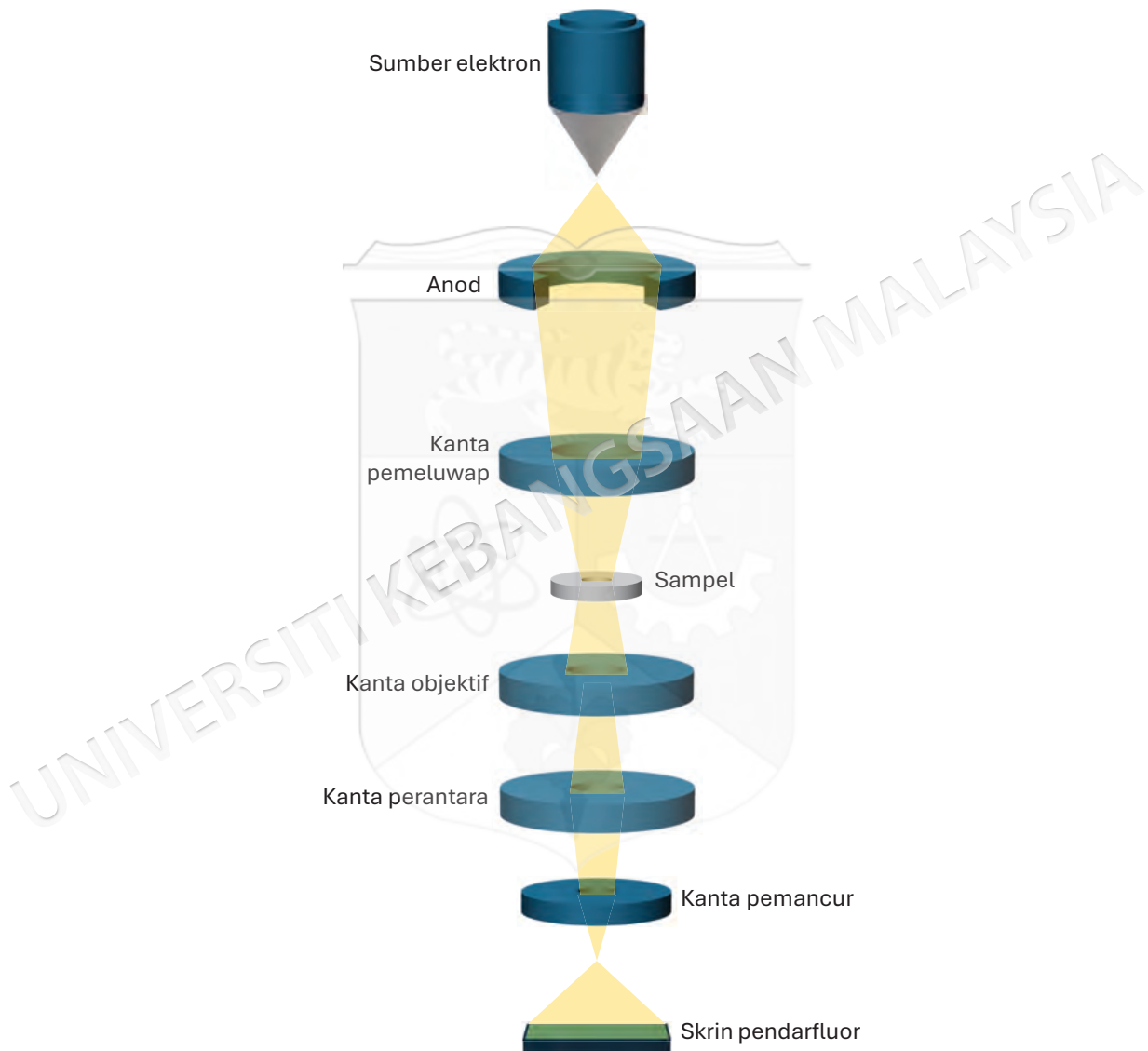


Rajah 3.9 Ilustrasi skematik SEM yang menunjukkan pancaran elektron terfokus mengimbas permukaan sampel serta pegesanan elektron yang dipancarkan untuk menghasilkan imej permukaan.

#### 3.5.4 Mikroskopi Elektron Penghantaran (TEM) dan Pembelauan Elektron Kawasan Terpilih (SAED)

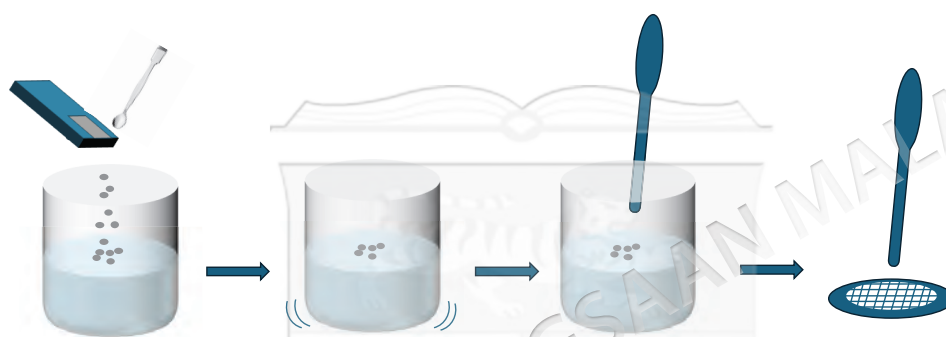
TEM ialah mikroskop elektron yang menggunakan pancaran elektron selari dan berkoheren yang dihantar melalui sampel nipis untuk menghasilkan imej beresolusi tinggi pada skala atomik. **Rajah 3.10** menunjukkan gambar rajah skematik sistem TEM, yang menggambarkan bagaimana pancaran elektron dihantar melalui sampel dan kemudiannya dikesan pada skrin pendarfluor untuk menghasilkan imej yang

memperincikan komposisi serta mikrostruktur bahan yang dikaji. Dalam kajian ini, pencirian kepingan  $\text{ReS}_2$  dijalankan menggunakan sistem TEM (Thermo Fisher Scientific, Talos L120C) yang beroperasi pada voltan pecutan 120 kV. Kaedah ini membolehkan pemerhatian terhadap susunan atom serta corak belauan terpilih (SAED) bagi mengenalpasti struktur hablur dan orientasi kepingan  $\text{ReS}_2$  dengan lebih terperinci.



Rajah 3.10 Skematik TEM yang menunjukkan pancaran elektron melalui sampel ultra-nipis bagi memperoleh maklumat struktur dalaman beresolusi tinggi.

Rajah 3.11 menunjukkan proses penyediaan sampel  $\text{ReS}_2$  bagi pencirian menggunakan TEM. Kepingan  $\text{ReS}_2$  terlebih dahulu dikikis daripada sampel asal dan dimasukkan ke dalam larutan etanol. Suspensi yang terhasil kemudiannya disonikasi bagi memastikan taburan kepingan lebih sekata serta mengurangkan penggumpalan kepingan. Seterusnya, beberapa titis suspensi diambil menggunakan pipet dan dititiskan ke atas grid kuprum bersalut karbon. Grid tersebut kemudian dibiarkan pada suhu bilik sehingga etanol tersejat sepenuhnya. Sampel yang telah kering seterusnya digunakan untuk pencirian TEM bagi pemerhatian mikrostruktur dan struktur kristal bahan.

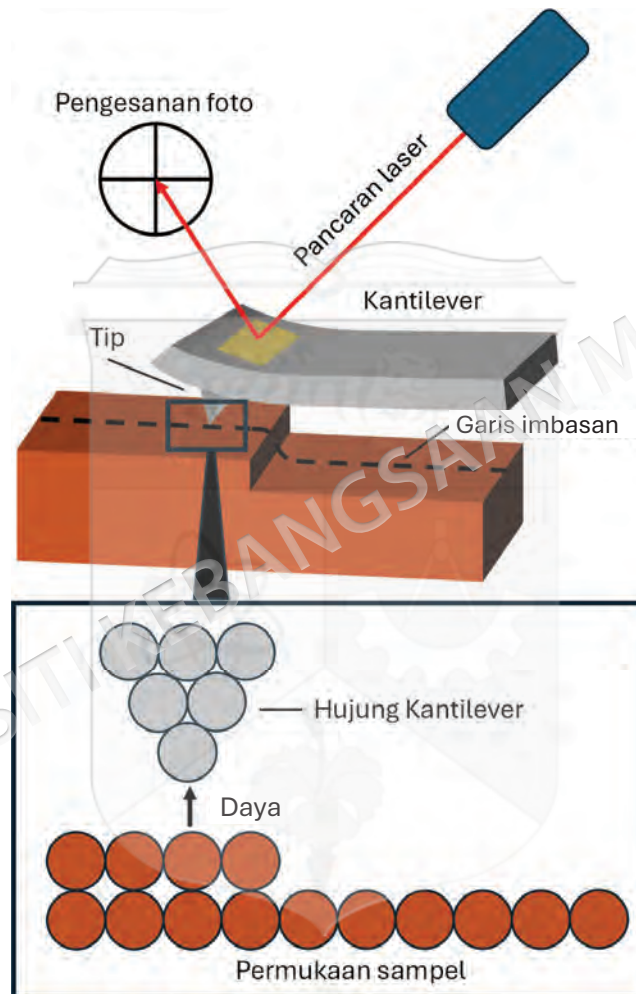


Rajah 3.11 Proses penyediaan sampel  $\text{ReS}_2$  untuk pencirian menggunakan mikroskop elektron penghantaran (TEM)

### 3.5.5 Mikroskopi Daya Atom (AFM)

Pencirian topografi permukaan sampel dijalankan menggunakan mikroskop daya atom (AFM) jenama Bruker Crest, model Dimension Edge. **Rajah 3.12** menunjukkan gambar rajah skematik sistem AFM secara umum. Kaedah ini digunakan bagi memperoleh maklumat mengenai morfologi permukaan serta ketebalan kepingan  $\text{ReS}_2$  yang disintesis. Dalam kajian ini, mod pengukuran yang digunakan ialah mod mengetik (tapping mode), yang dipilih bagi mengurangkan risiko kerosakan pada permukaan sampel akibat sentuhan langsung antara tip dan permukaan sampel. Tip silikon komersial (BukerNano) dengan pemalar spring 0.4 N/m dan frekuensi resonans 70 kHz digunakan sepanjang proses imbasan. Semasa pencirian dijalankan, kawasan permukaan sampel diimbas dengan tetapan garisan (line) sebanyak 256 dan kelajuan imbasan 0.5 Hz. Dalam mod ini, hujung tip akan bergerak menghampiri permukaan sampel pada jarak berskala Angstrom dan mengimbas permukaan secara raster.

Sebarang perubahan ketinggian atau bentuk topografi menyebabkan daya interaksi antara tip dan permukaan berubah, lalu menghasilkan lenturan pada kantilever. Posisi pancaran laser yang terpantul daripada kantilever ke fotodiod akan berubah dan diterjemahkan kepada isyarat elektrik. Untuk meningkatkan pantulan laser, bahagian belakang kantilever biasanya disalut dengan lapisan logam seperti emas.



Rajah 3.12 Skematik sistem AFM yang menunjukkan interaksi antara tip dan permukaan sampel bagi memetakan topografi pada skala nano berdasarkan isyarat lenturan.

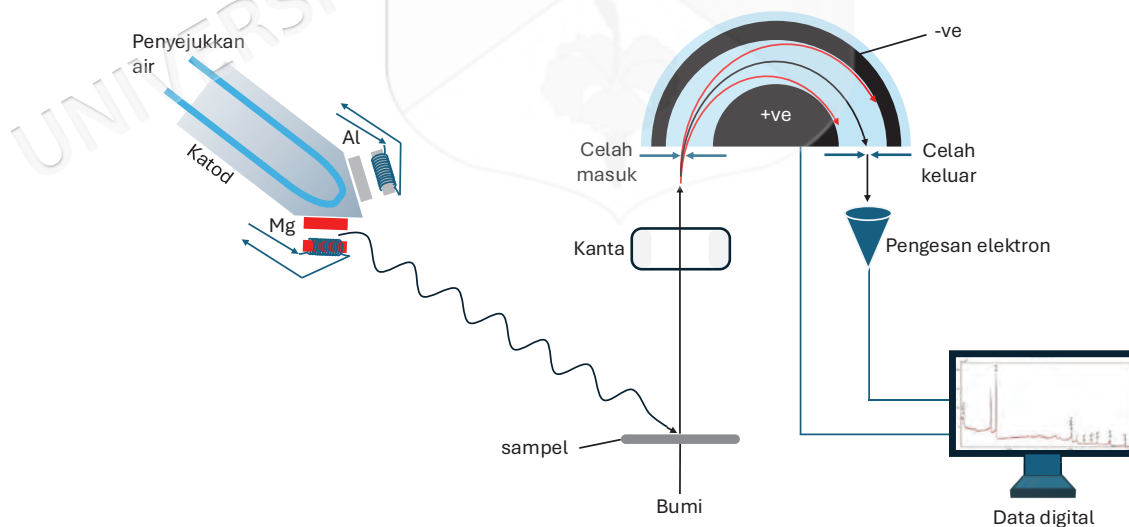
### 3.5.6 Spektroskopi Fotoelektron Sinar-X (XPS)

XPS ialah teknik pencirian permukaan yang digunakan untuk menganalisis jenis ikatan kimia serta unsur-unsur yang hadir pada permukaan sampel. Prinsip asas XPS

melibatkan proses fotoionisasi, di mana pancaran sinar-X yang monokromatik membedil permukaan sampel. Serapan tenaga foton yang tinggi daripada sinar-X menyebabkan elektron dilecit daripada nukleus atom. Elektron yang terlecit ini dikenali sebagai fotoelektron, manakala atom tersebut menjadi ion teruja. Menurut Hukum Pelepasan Fotoelektrik Einstein, tenaga kinetik ( $E_k$ ) bagi fotoelektron yang dikesan dapat diuraikan melalui persamaan:

$$E_k = h\nu - E_B \quad \dots(3.1)$$

di mana  $h\nu$  ialah tenaga foton sinar-X, manakala  $E_B$  ialah tenaga pengikatan (binding energy). Oleh kerana tenaga sumber sinar-X adalah tetap, nilai tenaga pengikatan ini bergantung kepada jenis unsur dan orbital atom fotoelektron tersebut. Maka, tenaga pengikatan yang diperoleh daripada spektrum XPS dapat digunakan untuk mengenal pasti unsur-unsur yang hadir pada permukaan sampel secara kualitatif. **Rajah 3.13** menunjukkan skematik sistem XPS yang menggambarkan prinsip asas penyingkiran fotoelektron daripada permukaan sampel apabila disinari dengan sinar-X. Selain itu, tenaga pengikatan elektron teras atom juga boleh berubah mengikut persekitaran kimia atom tersebut, dan perubahan ini dapat dilihat daripada anjakan puncak (peak shift) dalam spektrum XPS.



Rajah 3.13 Ilustrasi skematik sistem spektroskopi fotoelektron sinar-X (XPS) yang menunjukkan penyingkiran fotoelektron akibat penyinaran sinar-X serta

analisis tenaga untuk menentukan komposisi unsur dan keadaan kimia bahan.

Dalam kajian ini, pencirian XPS dilakukan menggunakan peralatan Axis Ultra DLD (Kratos Shimadzu) yang beroperasi menggunakan sumber sinar-X monokromatik Al-K $\alpha$  ( $h\nu = 1486.6$  eV) dengan voltan pecutan 15 kV. Perisian CasaXPS digunakan bagi analisis spektrum dan pepadanan puncak. Sebelum analisis, tenaga pengikatan C 1s (285 eV) digunakan sebagai rujukan piawai untuk membetulkan sebarang selisih pada tenaga yang diukur. Bagi penyuaian spektrum, latar belakang jenis Shirley digunakan, manakala komponen spektrum disesuaikan menggunakan taburan Lorentz-Gauss. Bagi sampel ReS<sub>2</sub>, puncak utama bagi orbital Re 4f<sub>7/2</sub> dan S 2p<sub>3/2</sub> dijangka masing-masing muncul sekitar 40.2 eV dan 162.2 eV, menandakan kehadiran ikatan Re-S pada permukaan bahan. Bagi memastikan kesahihan pepadanan lengkung XPS, beberapa kekangan telah dikenakan semasa proses nyahkonvolusi. Bagi dublet Re 4f, tenaga pemisahan ditetapkan sebanyak 2.4 eV dan nisbah keluasan 4:3 bagi komponen Re 4f<sub>7/2</sub> dan Re 4f<sub>5/2</sub>. Sementara itu, dublet S 2p dipadankan dengan tenaga pemisahan 1.18 eV serta nisbah keluasan 2:1 bagi puncak S 2p<sub>3/2</sub> dan S 2p<sub>1/2</sub>. Lebar-penuh-pada-separuh-maksimum (FWHM) dikekalkan sama bagi setiap pasangan dublet.

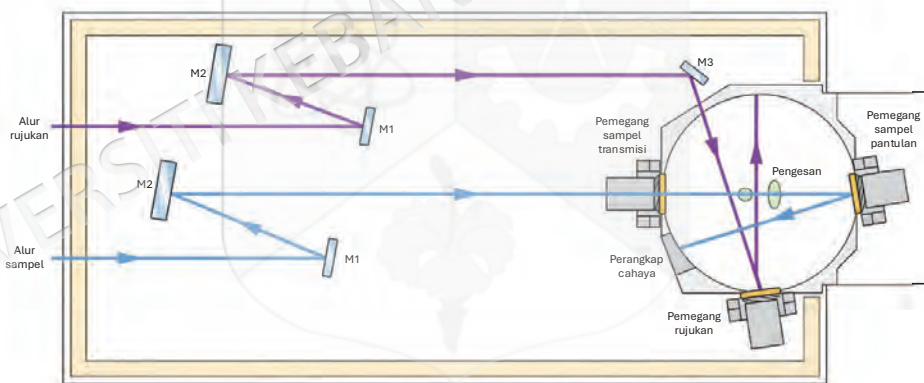
### 3.5.7 Spektroskopi Ultra-Ungu Kelihatan (UV-Vis)

Pencirian sifat optik kepingan nano ReS<sub>2</sub> yang disintesis melalui kaedah CVD telah dijalankan menggunakan spektrofotometer ultra-ungu, tampak dan inframerah dekat (UV-Vis-NIR), model Perkin Elmer Lambda 950, dalam julat panjang gelombang 350–800 nm. Pengukuran dilakukan dalam mod pantulan resapan (*diffuse reflectance mode*) dengan menggunakan aksesori sfera pengintegrasi (*integrating sphere*).

Dalam konfigurasi ini, sinaran monokromatik daripada sumber cahaya akan diarahkan ke permukaan sampel yang dipasang pada port pantulan sfera pengintegrasi. Apabila cahaya mengenai permukaan ReS<sub>2</sub>, interaksi cahaya–bahan akan berlaku, di mana sebahagian tenaga cahaya akan diserap manakala selebihnya dipantulkan sama ada secara pantulan spekulat (*specular reflection*) atau pantulan resapan (*diffuse reflection*). Bagi bahan berstruktur nano atau permukaan yang mempunyai ketaksamaan morfologi seperti sampel CVD, komponen pantulan resapan adalah dominan akibat

penyebaran cahaya oleh permukaan dan sempadan butiran. Sfera pengintegrasian berfungsi mengumpulkan keseluruhan cahaya pantulan (termasuk komponen spekulat dan resapan) melalui pantulan dalaman berbilang pada dinding sfera yang bersifat reflektif tinggi dan seragam secara optik. Proses ini menghasilkan taburan intensiti cahaya yang homogen sebelum dikesan oleh detektor. Intensiti pantulan sampel kemudiannya dibandingkan dengan bahan rujukan piawai berpantulan tinggi bagi mendapatkan nilai pantulan relatif sebagai fungsi panjang gelombang.

Spektrum pantulan yang diperoleh mencerminkan sifat penyerapan optik bahan, yang berkait secara langsung dengan peralihan elektron daripada jalur valensi ke jalur konduksi. Daripada data pantulan resapan tersebut, pekali serapan berkesan dianggarkan dan digunakan untuk menentukan jurang jalur tenaga optik ( $E_g$ ) melalui kaedah plot Tauc, yang akan dibincangkan secara terperinci dalam bab seterusnya. **Rajah 3.14** menunjukkan skematik sistem UV-Vis-NIR dan konfigurasi sfera pengintegrasian yang digunakan dalam kajian ini.



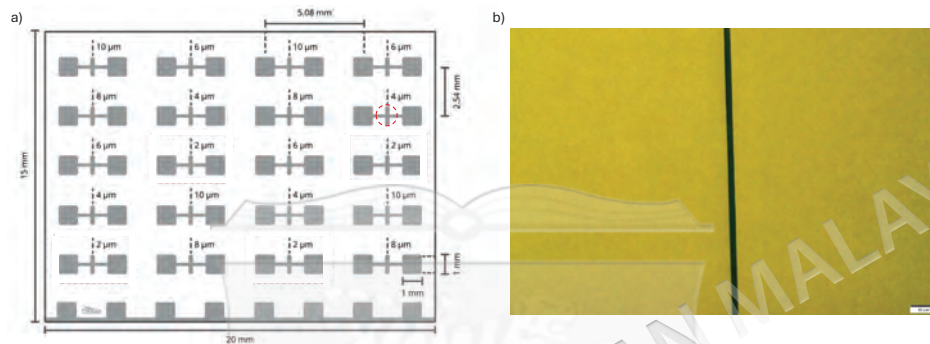
Rajah 3.14 Skematik spektrofotometer UV-Vis yang menunjukkan sumber cahaya, interaksi dengan sampel, dan pengesanan untuk mengukur penyerapan optik dalam julat panjang gelombang ultra-ungu dan tampak.

### 3.5.8 Pengukuran Keupayaan Fotopengesanan

#### a. Fabrikasi peranti berasaskan $\text{ReS}_2$

Proses fabrikasi peranti  $\text{ReS}_2$  terdiri daripada dua langkah utama; (i) pemindahan kepingan  $\text{ReS}_2$  ke atas filem gel Si yang lutsinar dan (ii) penjajaran dan pemindahan

kepingan  $\text{ReS}_2$  dari filem gel Si ke atas substrat pra-corak dengan elektrod logam. Kaedah ini digunakan untuk sampel  $\text{ReS}_2$  yang diperolehi melalui kaedah sintesis CVD dan juga pengelupasan mekanikal. Substrat pra-corak yang digunakan merupakan cip S403A1 dari Ossila, seperti dalam **Rajah 3.15**. Cip ini mempunyai 20 pasang elektrod platinum di atas substrat Si berdop-p dengan lapisan dielektrik  $\text{SiO}_2$ . Setiap pasang elektrod mempunyai panjang saluran berbeza iaitu 2, 4, 6, 8, dan 10  $\mu\text{m}$ .



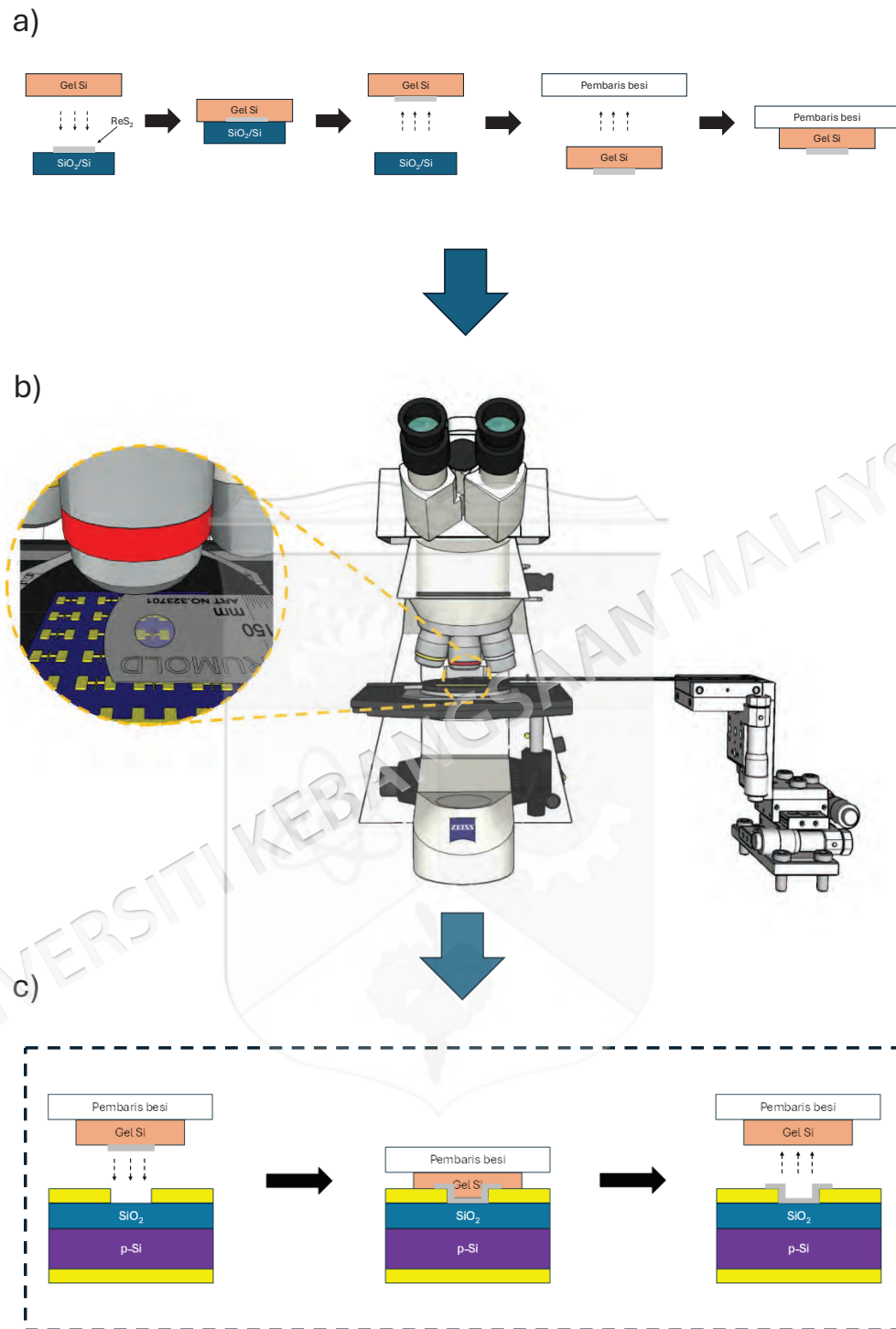
Rajah 3.15 (a) Skematik cip dengan elektrod platinum. Setiap pasang elektrod mempunyai panjang saluran antara 2-10  $\mu\text{m}$ . (b) Imej pembesaran bagi sepasang elektrod dengan jurang 4  $\mu\text{m}$ , seperti yang dibulatkan dalam warna merah.

Bagi langkah (i), filem gel Si ditekapkan pada permukaan kepingan  $\text{ReS}_2$  di atas substrat  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  sehingga kepingan tersebut melekat pada gel Si. Kemudian, gel Si bersama-sama kepingan  $\text{ReS}_2$  diangkat dan dilekatkan pada hujung pembaris besi yang mempunyai lubang. Pembaris besi digunakan sebagai sokongan manakala lubang bulat pada hujung pembaris membolehkan akses cahaya secara langsung. Berdasarkan pengalaman, penggunaan sokongan yang kuat seperti besi adalah lebih baik berbanding slaid kaca kerana ianya tidak mudah lentur semasa proses pemindahan kepingan. Prosedur ini ditunjukkan dalam **Rajah 3.15 (a)**.

Bagi langkah ke (ii), pembaris dengan filem gel Si bersama kepingan  $\text{ReS}_2$  dipasang di atas pelaras 3-paksi (XYZ). Pada masa yang sama, cip S403A1 diletakkan di atas pentas mikroskop optik yang dilengkapi dengan pelaras putaran. Dengan bantuan mikroskop, kepingan  $\text{ReS}_2$  yang baik dipilih dan kedudukannya dijajarkan dengan teliti supaya berada di antara dua elektrod logam. Dalam kajian ini, peranti dengan panjang saluran 4  $\mu\text{m}$  digunakan memandangkan saiz kepingan  $\text{ReS}_2$  adalah agak kecil. Setelah

penjajaran dibuat, proses pemindahan dilakukan dengan menurunkan kedudukan gel Si secara perlahan sehingga permukaan kepingan  $\text{ReS}_2$  bersentuhan dengan elektrod. Akhir sekali, kedudukan gel Si dinaikkan semula secara perlahan untuk memperoleh peranti  $\text{ReS}_2$ . Prosedur ini ditunjukkan dalam **Rajah 3.15 (b) dan (c)**.

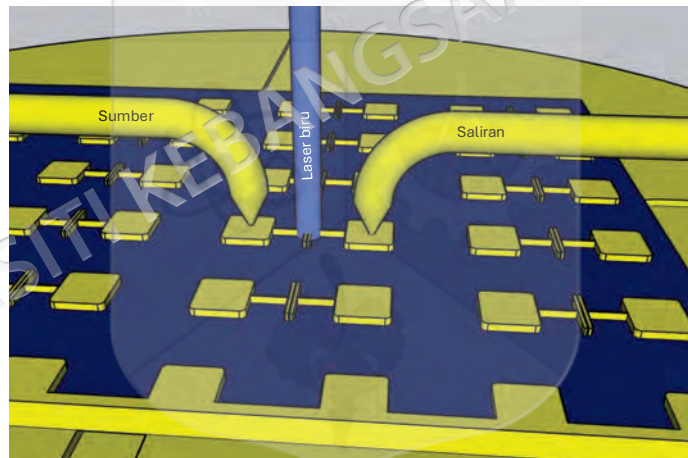




Rajah 3.16 Proses pemindahan kepingan  $\text{ReS}_2$  ke atas cip S403A1 menggunakan gel Si: a) Langkah awal pemindahan  $\text{ReS}_2$  ke atas gel Si (b) Persediaan pemindahan di mana  $\text{ReS}_2$  pada gel Si dijajarkan dengan elektrod pada cip menggunakan mikroskop dan pentas XYZ. (c) Proses pemindahan  $\text{ReS}_2$  daripada gel Si ke atas cip S403A1.

### b. Pencirian Elektrikal dan Fotopengesanan

Pengukuran elektrik dijalankan menggunakan Keithley 2635B Source Measure Unit (SMU) (IMEN) dan juga Keysight B1500A dan Agilent B2912A *National Taiwan University of Science and Technology* (NTUST), di mana voltan ditetapkan dari  $-3$  V hingga  $+3$  V dengan langkah  $0.12$  V. Had arus ditetapkan pada julat mikroampere ( $\mu\text{A}$ ) bagi mengelakkan kerosakan pada peranti semasa proses pengukuran. Arus yang terhasil direkodkan bagi setiap nilai voltan yang disapu. Pengukuran ini dijalankan dalam dua keadaan iaitu (i) dalam keadaan gelap dan (ii) di bawah pencahayaan yang dihala secara seranjang ke permukaan peranti. Sumber cahaya putih dan tiga jenis laser gelombang berterusan digunakan iaitu merah ( $650$  nm), hijau ( $520$  nm) dan biru ( $450$ ,  $465$  nm). Pengukuran menggunakan laser **650 nm, 520 nm, dan 465 nm** dijalankan di NTUST, Taiwan semasa menjalankan sangkutan penyelidikan manakala analisis menggunakan laser  $450$  nm dilakukan di IMEN.



Rajah 3.17 Pengukuran fotorespons bagi peranti  $\text{ReS}_2$ , menunjukkan dua prob yang menyentuh pada pad elektrod masing-masing.

## BAB IV

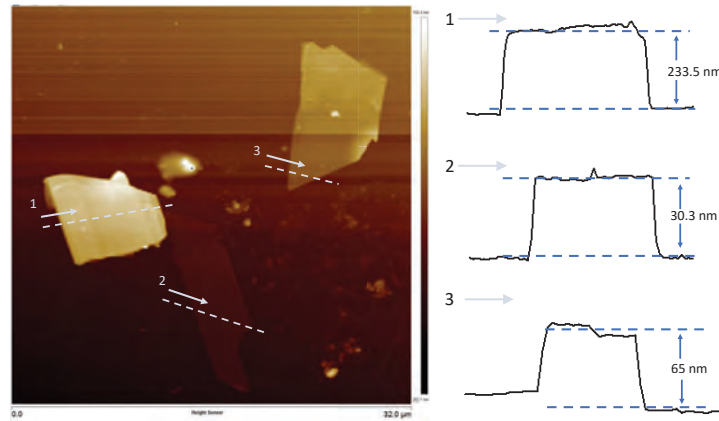
### SINTESIS DAN PENCIRIAN KEPINGAN ReS<sub>2</sub> KOMERSIAL

#### 4.1 PENGENALAN

Bab ini membincangkan sintesis kepingan nano ReS<sub>2</sub> daripada kristal komersial melalui kaedah pengelupasan mekanikal. Kajian mengenai kepingan ReS<sub>2</sub> komersial ini adalah kajian awalan yang bertujuan untuk menunjukkan keupayaan ReS<sub>2</sub> sebagai bahan pengesan foto serta sebagai rujukan untuk hasil sintesis CVD yang akan dibincangkan dalam bab 5. Oleh itu, teknik pencirian ke atas kepingan ReS<sub>2</sub> komersial ini terhad kepada teknik spektroskopi Raman, AFM dan pengukuran I-V.

#### 4.2 PENGELUPASAN MEKANIKAL

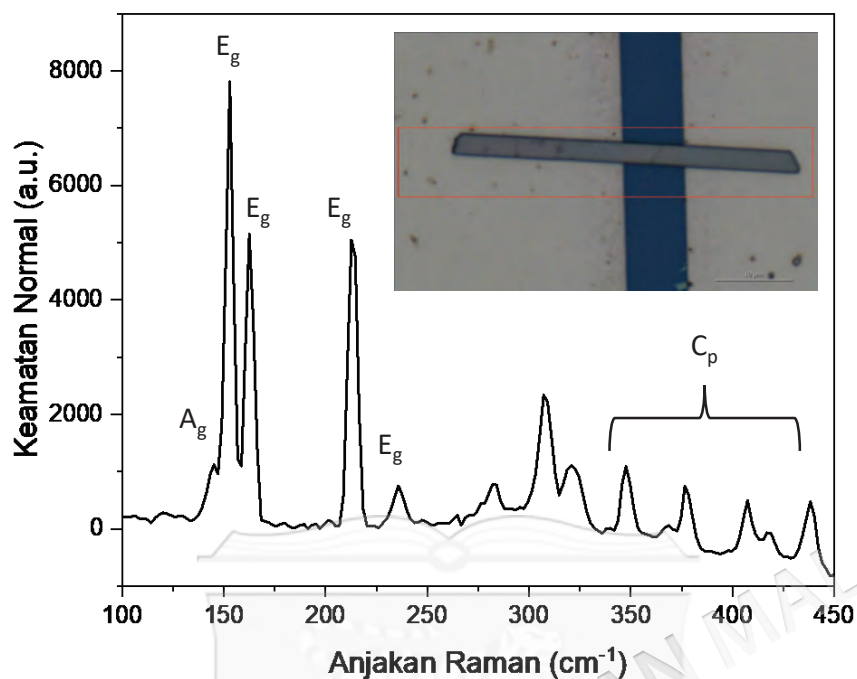
Pengelupasan mekanikal dilakukan menggunakan pita nitto dan sama seperti kaedah yang ditunjukkan dalam Rajah 2.12 di bawah subseksyen 2.3.1. Setiap proses pengelupasan menghasilkan kepingan yang mempunyai pelbagai bentuk, saiz dan dimensi secara rawak. **Rajah 4.1** menunjukkan contoh imej AFM bagi tiga kepingan ReS<sub>2</sub> (daripada banyak kepingan lain) yang diperoleh melalui kaedah pengelupasan mekanikal yang sama. Profil ketinggian menunjukkan ketebalan kepingan masing-masing ialah 233.5 nm, 30.3 nm, dan 65 nm. Perbezaan ketebalan ini mencerminkan sifat rawak proses pengelupasan mekanikal, yang menghasilkan kepingan dengan julat ketebalan yang besar. Analisis Raman tidak dilakukan ke atas ketiga-tiga kepingan AFM ini kerana pencirian AFM di sini sekadar bertujuan untuk memberikan satu pemerhatian berasingan tentang ketidakseragaman ketebalan yang terhasil daripada kaedah pengelupasan tersebut, bukannya untuk mengkaji kesan variasi ketebalan terhadap mod getaran Raman.



Rajah 4.1 Imej AFM yang menunjukkan tiga kepingan ReS<sub>2</sub> yang berbeza, bersama-sama profil ketinggian bagi setiap kepingan.

#### 4.3 PENCIRIAN KEPINGAN ReS<sub>2</sub> KOMERSIAL

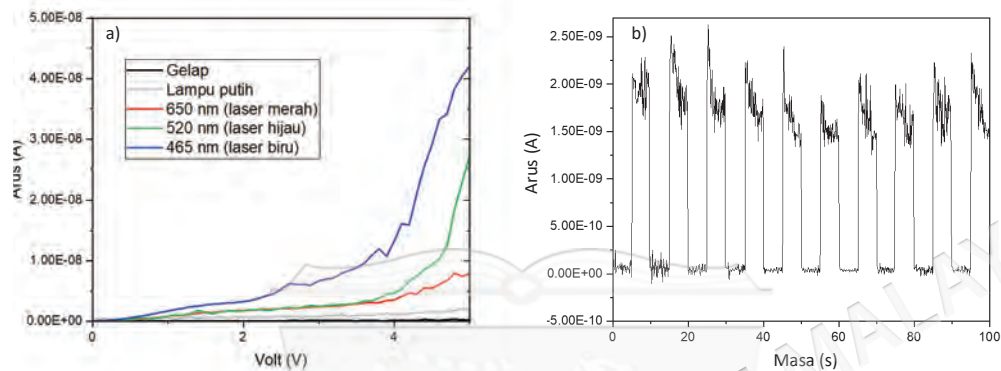
**Rajah 4.2** menunjukkan spektrum Raman bersama imej optikal bagi kepingan ReS<sub>2</sub> lain yang telah dipindahkan ke atas substrat peranti, di mana kepingan ini adalah berbeza daripada kepingan yang ditunjukkan dalam Rajah 4.1. Kepingan yang panjang telah dipilih untuk memudahkan proses fabrikasi. Spektrum Raman yang diperoleh memperlihatkan ciri-ciri jelas ReS<sub>2</sub> bagi mengesahkan fasa kristal dan identiti bahan yang dipindahkan itu sebelum ujian fotorespon dijalankan. Terdapat 3 jenis mod utama ReS<sub>2</sub> iaitu E<sub>g</sub>, A<sub>g</sub> dan C<sub>p</sub>. Mod-mod E<sub>g</sub> adalah pada frekuensi rendah (152.4, 162.1, 212.2, dan 235.3 cm<sup>-1</sup>) mewakili getaran dalam-satah atom Re, manakala puncak frekuensi tinggi pada 306.7 dan 316.3 cm<sup>-1</sup> pula adalah attribut daripada getaran dalam-satah atom S. Selain itu, mod A<sub>g</sub> dan C<sub>p</sub> juga dapat diperhatikan. Puncak sekitar 137 cm<sup>-1</sup> merupakan mod A<sub>g</sub> yang mewakili getaran luar-satah bagi atom Re, manakala puncak frekuensi tinggi pada 422.3 dan 443.4 cm<sup>-1</sup> dikaitkan dengan getaran luar-satah atom S. Bagi mod C<sub>p</sub> (gabungan getaran dalam-satah dan luar-satah melibatkan kedua-dua atom Re dan S), sebanyak lapan puncak dijangka muncul. Dua daripadanya terletak antara 270 hingga 290 cm<sup>-1</sup>, manakala enam yang lain berada antara 315 hingga 410 cm<sup>-1</sup> (Rahman et al. 2017). Walau bagaimanapun, keamatan sebahagian puncak C<sub>p</sub> adalah terlalu lemah untuk dikesan atau menjadi lebar akibat superposisi puncak.



Rajah 4.2 Spektrum Raman bagi kepingan ReS<sub>2</sub> yang diperolehi melalui kaedah pengelupasan mekanikal. Sisipan menunjukkan imej mikroskop optik bagi kepingan ReS<sub>2</sub> yang dianalisis.

**Rajah 4.3(a)** menunjukkan lengkung I-V peranti ReS<sub>2</sub> yang diukur di bawah keadaan gelap, cahaya putih, sertalaser monokromatik dengan panjang gelombang 650 nm, 520 nm, dan 465 nm. Saiz diameter untuk setiap laser tidak diukur semasa di Taiwan. Oleh itu, ketumpatan kuasa laser tidak boleh ditentukan. Seperti yang diperhatikan, arus peranti meningkat dengan ketara apabila didedahkan kepada pencahayaan berbanding keadaan gelap, mengesahkan kewujudan arus foto yang terhasil daripada penjanaan pembawa cas oleh cahaya. Selain itu, magnitud arus foto didapati bergantung kepada panjang gelombang pencahayaan, di mana pencahayaan dengan panjang gelombang lebih pendek, khususnya 465 nm, menghasilkan arus yang lebih tinggi berbanding 520 nm dan 650 nm. Sebagai contoh, di bawah pencahayaan cahaya biru (465 nm) pada voltan terapan 3 V, arus foto yang direkodkan ialah sebanyak 6.7 nA. Trend ini adalah dijangka kerana cahaya biru mempunyai tenaga foton yang lebih tinggi (2.7 eV) berbanding cahaya merah (1.9 eV). Bagi menilai kestabilan dan keboleholungan tindakbalas foto peranti, pengukuran arus telah dijalankan di bawah denyutan laser 520 nm pada bias 5 V, seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 4.3(b)**.

Dalam eksperimen ini, pencahayaan dibuka dan ditutup secara berkala. Data menunjukkan bahawa arus meningkat kepada  $\sim 1.6$  nA dengan pencahayaan dan turun dengan drastik apabila pencahayaan dihentikan. Corak denyutan ini konsisten sepanjang pengukuran, menunjukkan kestabilan peranti  $\text{ReS}_2$  yang dihasilkan.



Rajah 4.3 (a) Lengkung I-V dalam keadaan gelap, cahaya lampu putih, dan cahaya laser monokromatik dengan panjang gelombang 650, 520, dan 465 nm. (b) Graf arus melawan masa yang menunjukkan tingkahlaku pensuisan foto di bawah cahaya laser 520 nm yang dibuka dan ditutup secara berkala pada bias 5 V.

## BAB V

### SINTESIS DAN PERINCIAN KEPINGAN NANO $\text{ReS}_2$ YANG DIHASILKAN MENGUNAKAN TEKNIK CVD

#### 5.1 PENGENALAN

Bab ini akan membincangkan hasil dan analisis sintesis kepingan nano  $\text{ReS}_2$  menggunakan kaedah CVD zon tunggal. Kesan jarak antara bahan pelopor  $\text{ReO}_3$  dan substrat terhadap pertumbuhan kepingan  $\text{ReS}_2$  telah dikaji, dan mekanisme pertumbuhan akan turut dibincangkan. Seterusnya, sifat serta kualiti kepingan  $\text{ReS}_2$  yang telah disintesis dinilai menggunakan pelbagai teknik pencirian seperti FESEM, spektroskopi Raman, TEM, AFM, XPS dan UV-Vis. Akhir sekali, pencirian elektrik dijalankan bagi menilai prestasi fotoelektrik kepingan nano  $\text{ReS}_2$  untuk aplikasi fotopengesan.

#### 5.2 KETERANGAN SAMPEL

Ringkasan sampel yang akan dibincangkan dalam bab ini ditunjukkan dalam **Jadual**

**5.1.** Substrat yang digunakan bagi kajian ini ialah  $\text{SiO}_2/\text{Si}$ . Dua parameter yang dikaji ialah kesan suhu substrat dan jarak  $x$  antara bahan pelopor  $\text{ReO}_3$  dengan substrat  $\text{SiO}_2/\text{Si}$ . Nilai jarak  $x$  yang digunakan ialah 8, 10 dan 11 cm manakala, suhu pertumbuhan yang dikaji ialah 650, 750 dan 850 °C. Tempoh pertumbuhan dikekalkan selama 10 minit.

Jadual 5.1 Ringkasan sampel dan parameter pertumbuhan yang digunakan dalam kajian ini

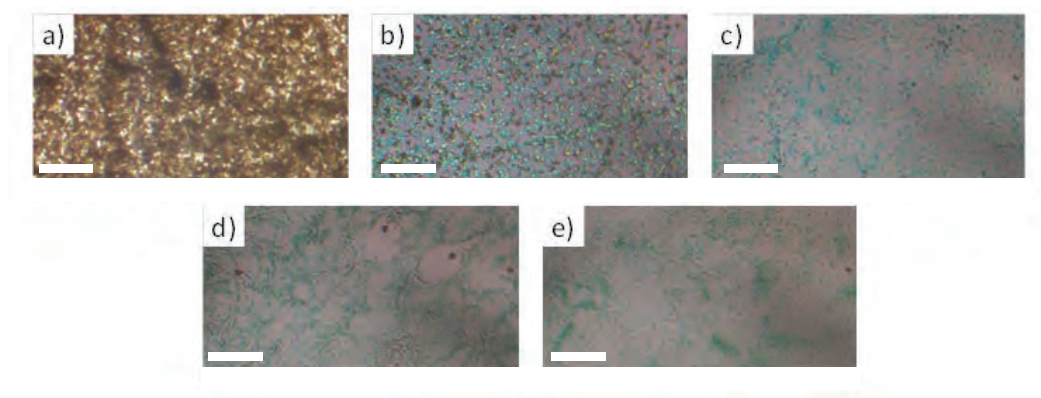
| Sampel | Substrat             | Jarak x (cm) | Suhu pertumbuhan (°C) | Tempoh pertumbuhan (min) |
|--------|----------------------|--------------|-----------------------|--------------------------|
| A      | SiO <sub>2</sub> /Si | 8            | 750                   | 10                       |
| B      | SiO <sub>2</sub> /Si | 10           | 750                   | 10                       |
| C      | SiO <sub>2</sub> /Si | 11           | 750                   | 10                       |
| D      | SiO <sub>2</sub> /Si | 11           | 650                   | 10                       |
| E      | SiO <sub>2</sub> /Si | 11           | 850                   | 10                       |

Daripada lima sampel yang dibincangkan, satu sampel terbaik telah dipilih untuk dianalisis dengan lebih mendalam menggunakan kaedah pencirian seperti UV-Vis, AFM, TEM dan XPS. Rasional pemilihan sampel ini akan diuraikan dengan lebih terperinci dalam bab ini. Selain itu, bagi menilai keupayaan kepingan ReS<sub>2</sub> sebagai fotopengesan, pengukuran I-V telah dijalankan bagi mengukur tindakbalas bahan terhadap kehadiran cahaya.

### 5.3 KESAN SUHU SUBSTRAT DAN JARAK SUBSTRAT-BAHAN PELOPOR

#### 5.3.1 Morfologi dan Mekanisme Pertumbuhan

Dalam kajian ini, dua parameter utama yang dikaji ialah jarak pemisahan antara sumber ReO<sub>3</sub> dan substrat SiO<sub>2</sub>/Si serta suhu pertumbuhan. Analisis awal dijalankan menggunakan mikroskop optik bagi menilai perbezaan morfologi antara setiap sampel secara umum. Seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 5.1**, imej optik bagi sampel A hingga E disusun bersebelahan untuk memudahkan perbandingan visual terhadap perubahan morfologi yang berlaku.

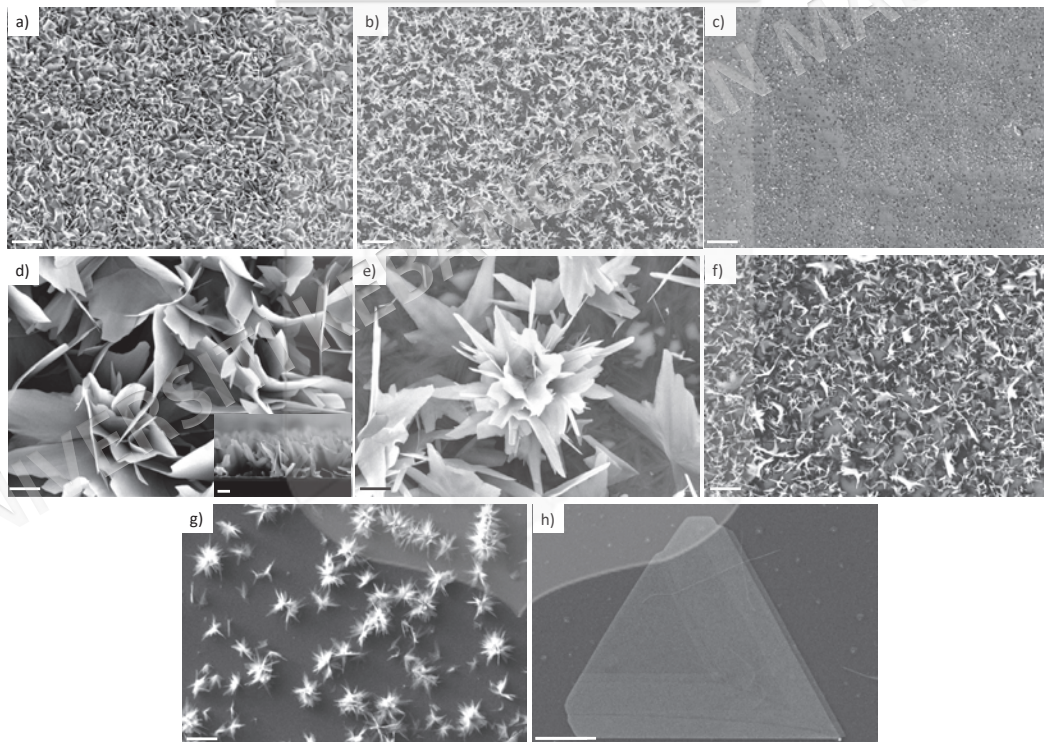


Rajah 5.1 (a) - (e) Imej optik bagi sampel A hingga E (mengikut turutan) yang diperolehi menggunakan mikroskop optik pada pembesaran 50X (Bar skala: 30  $\mu\text{m}$ ).

Daripada pemerhatian imej tersebut, perubahan warna dapat dilihat pada kepingan nano  $\text{ReS}_2$  apabila kedudukan serbuk  $\text{ReO}_3$  dijarakkan daripada 8 cm (sampel A) kepada 11 cm (sampel C) daripada substrat. Perubahan warna menunjukkan perbezaan ketebalan kepingan daripada nipis (kehijauan) kepada tebal (kekuningan), seperti yang dilaporkan untuk bahan 2D yang lain (Ahinayadullah et al. 2025; Chen et al. 2016). Selain itu, terdapat kehadiran tompokan hitam terutama pada sample B dan ini akan dikaji dengan lebih lanjut pada bahagian seterusnya. Bagi sampel C-E yang ditumbuhkan pada suhu substrat yang berbeza dan  $x = 11$  cm, warna kepingan kekal kehijauan (nipis) tetapi saiz kepingan mengecil sehingga diluar kemampuan pengimejan mikroskop optik.

Bagi mengkaji morfologi kepingan  $\text{ReS}_2$  dengan lebih terperinci, pengimejan menggunakan FESEM telah dijalankan dan hasil imej ditunjukkan dalam **Rajah 5.2**. Sampel A dengan  $x = 8$  cm menunjukkan kepadatan kepingan yang tinggi yang tumbuh secara menegak dan condong. Apabila nilai  $x$  ditingkatkan kepada 10 dan 11 cm bagi sampel B dan C, gabungan antara kepingan menegak dan mendatar dapat diperhatikan. Selain itu, saiz kepingan bagi sampel A dan B adalah hampir sama, namun menurun dengan ketara kepada kurang daripada 1  $\mu\text{m}$  bagi sampel C. Pemerhatian ini boleh dikaitkan dengan penurunan kepekatan wap Re apabila nilai  $x$  meningkat.

Berdasarkan penentuan suhu yang dijalankan, suhu bagi pelopor  $\text{ReO}_3$  masing-masing ialah  $655^\circ\text{C}$ ,  $550^\circ\text{C}$ , dan  $390^\circ\text{C}$  bagi sampel A, B dan C. Tekanan wap bagi Re menurun secara eksponen apabila suhu  $\text{ReO}_3$  menurun, seperti yang diuraikan oleh persamaan Antoine (Thomson 1946). Oleh itu, sampel A ditumbuhkan di bawah kepekatan wap Re tertinggi, diikuti oleh sampel B dan C. Berdasarkan analisis termogravimetri yang dilaporkan oleh Li et. al.,  $\text{ReO}_3$  akan mula terurai menjadi  $\text{Re}_2\text{O}_7$  yang mudah meruap (takat lebur  $220^\circ\text{C}$ ) pada suhu melebihi  $400^\circ\text{C}$  (Li, Cui, et al. 2016). Apabila suhu melebihi  $550^\circ\text{C}$ ,  $\text{ReO}_3$  akan terurai menjadi campuran  $\text{Re}_2\text{O}_7$  (mudah meruap) dan  $\text{ReO}_2$  yang stabil (takat lebur  $1,000^\circ\text{C}$ ). Ini bermaksud sampel A ditumbuhkan di bawah campuran wap  $\text{Re}_2\text{O}_7$  dan  $\text{ReO}_2$ , manakala sampel B dan C masing-masing ditumbuhkan dengan wap  $\text{Re}_2\text{O}_7$  berkepekatan tinggi dan rendah.



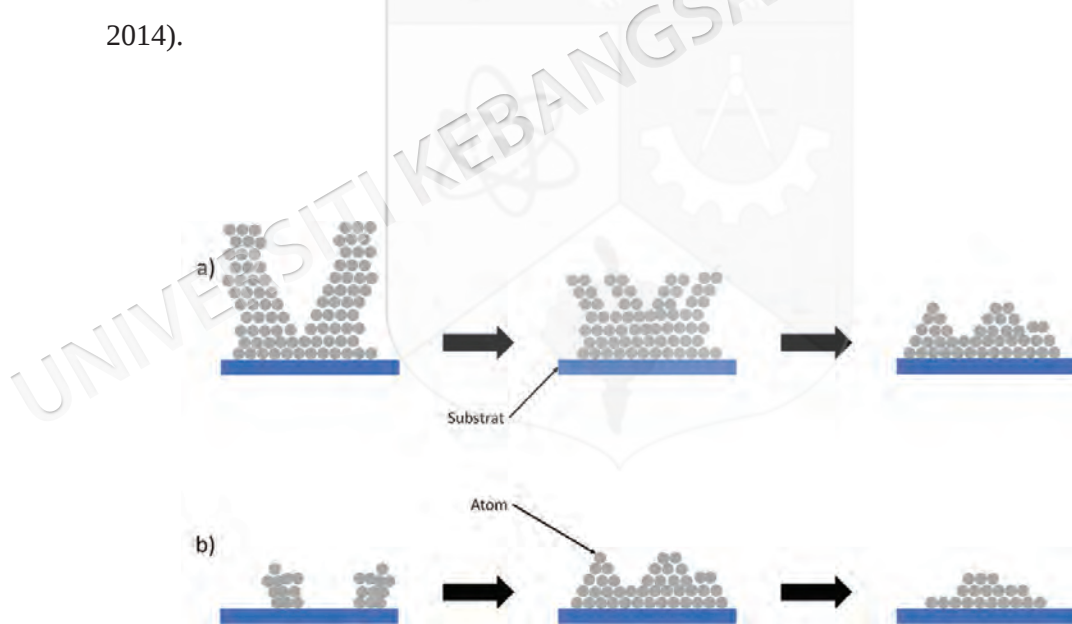
Rajah 5.2 Imej FESEM bagi sampel A hingga E yang ditumbuhkan di bawah pelbagai keadaan pertumbuhan. Baris atas (a)-(c) menunjukkan imej pembesaran rendah bagi sampel A-C (skala bar:  $10\ \mu\text{m}$ ). Baris tengah (d)-(f) menunjukkan imej pembesaran tinggi bagi sampel A-C (skala bar:  $1\ \mu\text{m}$ ). Baris bawah (g)-(h) memaparkan imej pembesaran tinggi bagi sampel D dan E (skala bar:  $1\ \mu\text{m}$ ).

Penurunan terhadap dalam kepekatan wap Re juga dijangka berlaku sekiranya pelopor  $\text{ReO}_3$  diletakkan lebih jauh dari tengah relau, kerana wap perlu bergerak lebih jauh sebelum tiba di substrat. Dalam kes sampel A yang ditumbuhkan pada kepekatan Re yang tinggi, penggabungan atau tautan pantas (rapid coalescence) antara pulau-pulau 2D boleh menyebabkan satah pertumbuhan melengkung, seterusnya membawa kepada pembentukan benih  $\text{ReS}_2$  dan akhirnya kepingan menegak. Tindak balas serupa turut diperhatikan dalam pertumbuhan kepingan menegak  $\text{MoS}_2$  di bawah kepekatan Mo yang tinggi (Johari et al. 2020). Apabila kepekatan wap Re dikurangkan, kepingan mendatar mula terbentuk dan saiz kepingan menurun. Satu perkara yang boleh diberi perhatian lanjut adalah kepingan 2D menegak mempunyai luas permukaan yang lebih besar berbanding kepingan mendatar. Ini merupakan suatu kelebihan terutama dalam aplikasi pemangkinan (Bertran-Serra et al. 2023; Chaitoglou et al. 2022), namun aspek ini adalah di luar skop kajian ini.

Seterusnya, nilai  $x = 11$  cm pula dikekalkan, manakala suhu pertumbuhan diubah antara  $650^\circ\text{C}$  hingga  $850^\circ\text{C}$ . Pada suhu pertumbuhan  $650^\circ\text{C}$ , kepingan menegak didapati lebih dominan. Apabila suhu substrat meningkat kepada  $850^\circ\text{C}$ , kepingan mendatar yang berkepadatan rendah dengan saiz sekitar  $5\ \mu\text{m}$  dapat diperhatikan. Ini menunjukkan bahawa suhu substrat yang lebih tinggi cenderung kepada pembentukan kepingan mendatar. Pada suhu tinggi, adatom mempunyai tenaga terma yang lebih tinggi, yang meningkatkan mobiliti permukaan. Ini membolehkan adatom bergerak ke arah tapak yang mempunyai tenaga yang rendah, seperti sisi langkah (step edges) atau pulau sedia ada, lalu menghasilkan kepingan mendatar (Venables et al. 1984). Selain itu, peningkatan pembauran permukaan (surface diffusion) mengurangkan kepadatan tapak nukleasi kerana adatom cenderung berpaut pada pulau atau sisi langkah sedia ada berbanding membentuk kluster baharu. Perlakuan ini sejajar dengan teori Burton-Cabrera-Frank, yang menerangkan bagaimana atom lebih cenderung berpaut pada sisi langkah sedia ada berbanding membentuk kluster baharu. Keadaan ini menghasilkan domain hablur yang lebih besar tetapi dengan bilangan yang lebih sedikit (Burton et al. 1956).

Rajah 5.3(a) menggambarkan kesan kepekatan wap Re terhadap morfologi  $\text{ReS}_2$ . Kepekatan wap Re yang tinggi meningkatkan kadar pemendapan atom pada

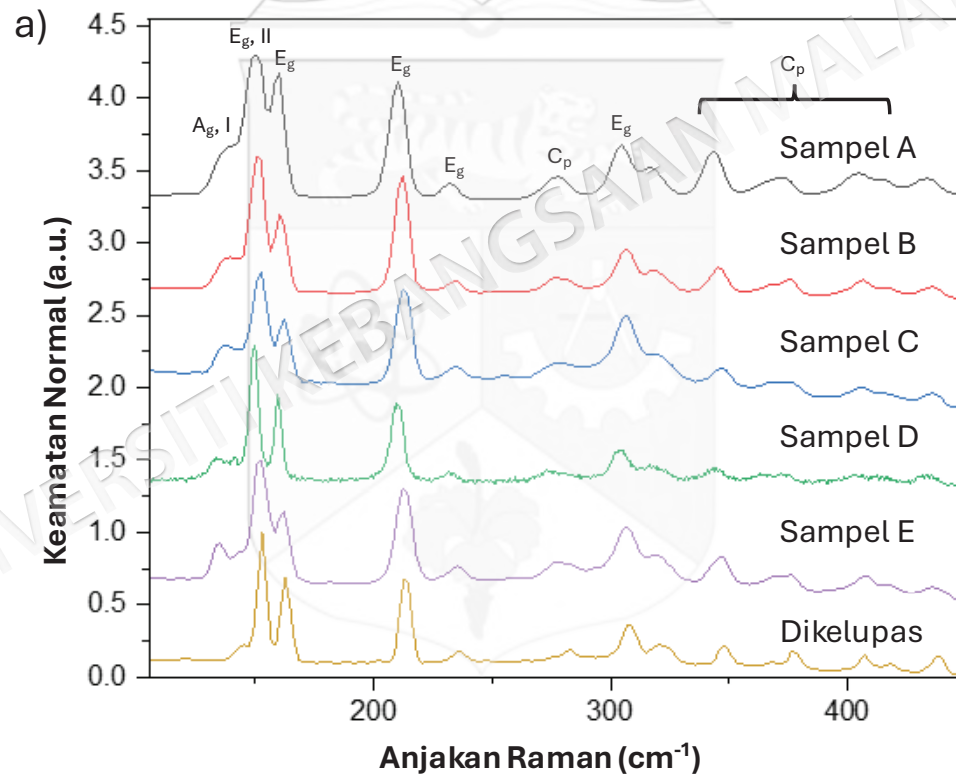
permukaan substrat sehingga mengurangkan masa untuk penghijrahan adatom. Keadaan ini menggalakkan pertumbuhan secara menegak akibat pengumpulan atom yang pantas. Rajah 5.3(b) pula menunjukkan kesan suhu pertumbuhan terhadap morfologi  $\text{ReS}_2$ . Pada suhu pertumbuhan yang lebih tinggi, adatom memperoleh tenaga terma yang mencukupi untuk meningkatkan panjang resapan (diffusion length), membolehkan atom berhijrah ke tapak yang lebih stabil sebelum bergabung ke dalam kisi kristal. Oleh itu, pertumbuhan secara lateral lebih dominan dan menghasilkan kepingan dengan kualiti kristal yang lebih baik. Sebaliknya, pada suhu yang lebih rendah, mobiliti adatom berkurang menyebabkan atom cenderung bergabung berhampiran lokasi pemendapan, sekali gus meningkatkan kebarangkalian pembentukan struktur yang tumbuh secara menegak. Manakala, pembentukan morfologi yang lebih ekstrem, iaitu berbentuk segi tiga, boleh dikaitkan dengan keadaan pertumbuhan dalam persekitaran yang kaya sama ada dengan sulfur atau renium. Keadaan ini menyebabkan keseimbangan kadar pertumbuhan pada setiap sisi hablur terganggu, sekali gus menggalakkan pembentukan morfologi segi tiga (Wang et al. 2014).



Rajah 5.3 Model pertumbuhan  $\text{ReS}_2$  yang menunjukkan (a) pengaruh kepekatan wap Re, dan (b) pengaruh suhu pertumbuhan terhadap evolusi morfologi kepingan  $\text{ReS}_2$ .

### 5.3.2 Analisa Spektrum Raman

Spektrum Raman bagi sampel yang disintesis terdiri daripada pelbagai puncak seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 5.4**. Spektrum yang diperoleh hampir sama antara antara satu sama lain, menunjukkan konsistensi antara setiap sampel. Sebagai perbandingan, spektrum Raman daripada kepingan  $\text{ReS}_2$  yang dikelupas secara mekanikal turut ditunjukkan. Puncak pada frekuensi 152.4, 162.1, 212.2, 235.3, 306.7, dan  $316.3 \text{ cm}^{-1}$  adalah sepadan dengan mod-mod  $E_g$  dan konsisten dengan  $\text{ReS}_2$  yang dikelupas secara mekanikal serta kajian-kajian terdahulu (Feng et al. 2015; Tseng et al. 2015; Wen et al. 2022).

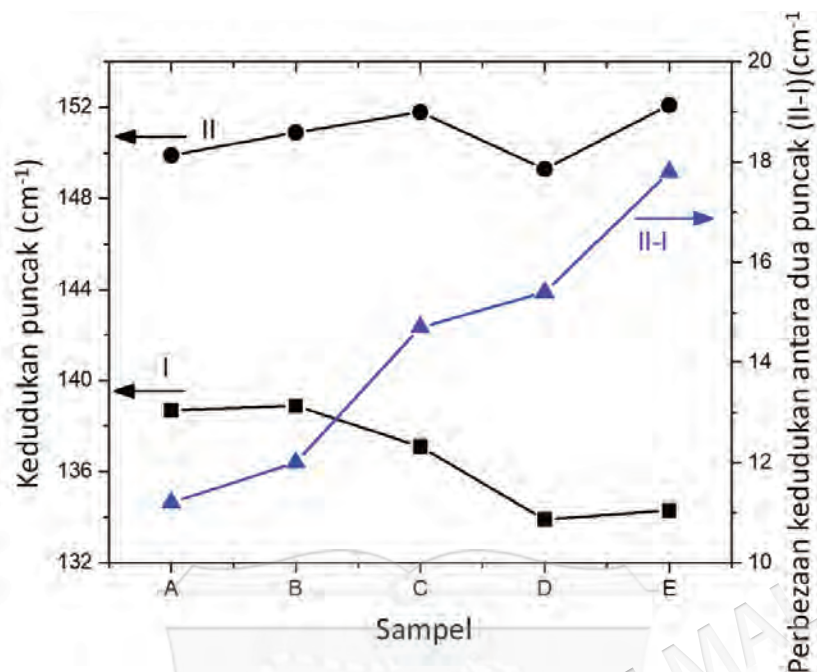


Rajah 5.4 Spektrum Raman bagi sampel A-E dan  $\text{ReS}_2$  rujukan yang dikelupas secara mekanikal.

Perbezaan frekuensi antara mod  $A_g$  pada  $\sim 137 \text{ cm}^{-1}$  dan mod  $E_g$  pada  $152 \text{ cm}^{-1}$  boleh digunakan untuk menganggar ketebalan kepingan  $\text{ReS}_2$  (Chenet et al. 2015). Kedua-dua mod ini dilabelkan sebagai I dan II dalam **Rajah 5.4**. Penting untuk

dinyatakan disini bahawa trend peningkatan perbezaan frekuensi mod Raman dengan penurunan ketebalan kepingan adalah konsisten dengan Chenet et al.. Namun ianya berbeza dengan trend yang diperhatikan untuk TMD konvensional seperti MoS<sub>2</sub>. Ini berkemungkinan besar disebabkan oleh struktur kristal 1T ReS<sub>2</sub> yang terherot yang menyebabkan gandingan antara lapisan yang lemah berbanding struktur kristal MoS<sub>2</sub> yang mempunyai simetri yang tinggi. Selain itu, sampel E mempunyai kepingan ReS<sub>2</sub> yang nipis disebabkan oleh suhu pertumbuhan yang tinggi. Ini kerana, ketebalan kepingan sangat bergantung kepada perbezaan antara kadar penjerapan dan kadar penyahjerapan. Pada suhu pertumbuhan yang tinggi, kadar penyahjerapan akan meningkat berbanding kadar penjerapan, seterusnya menghasilkan kepingan yang lebih nipis.

Perubahan kedudukan puncak bagi mod I dan II untuk sampel A hingga E ditunjukkan dalam **Rajah 5.5**. Kedudukan puncak bagi mod I berada dalam julat 133.9-138.9 cm<sup>-1</sup>, manakala mod II berada antara 150.0-152.3 cm<sup>-1</sup>. Oleh itu, perbezaan frekuensi antara kedua-dua mod ini meningkat secara beransur-ansur daripada 11.3 cm<sup>-1</sup> bagi sampel A kepada 17.1 cm<sup>-1</sup> bagi sampel E. Seperti yang dilaporkan oleh Chenet et. al., perbezaan frekuensi sebanyak 12.7 cm<sup>-1</sup> bagi ReS<sub>2</sub> pukal dan 16.8 cm<sup>-1</sup> bagi ReS<sub>2</sub> monolapisan diperolehi (Chenet et al. 2015). Berdasarkan hubungan yang dilaporkan tersebut, peningkatan perbezaan frekuensi daripada sampel A kepada sampel E menunjukkan bahawa ketebalan kepingan ReS<sub>2</sub> semakin berkurang apabila kepekatan wap ReS<sub>2</sub> dikurangkan. Sampel E, yang ditumbuhkan pada kepekatan wap Re paling rendah dan suhu substrat paling tinggi (850 °C), mempamerkan kepingan ReS<sub>2</sub> yang paling nipis dalam kalangan sampel yang dikaji.



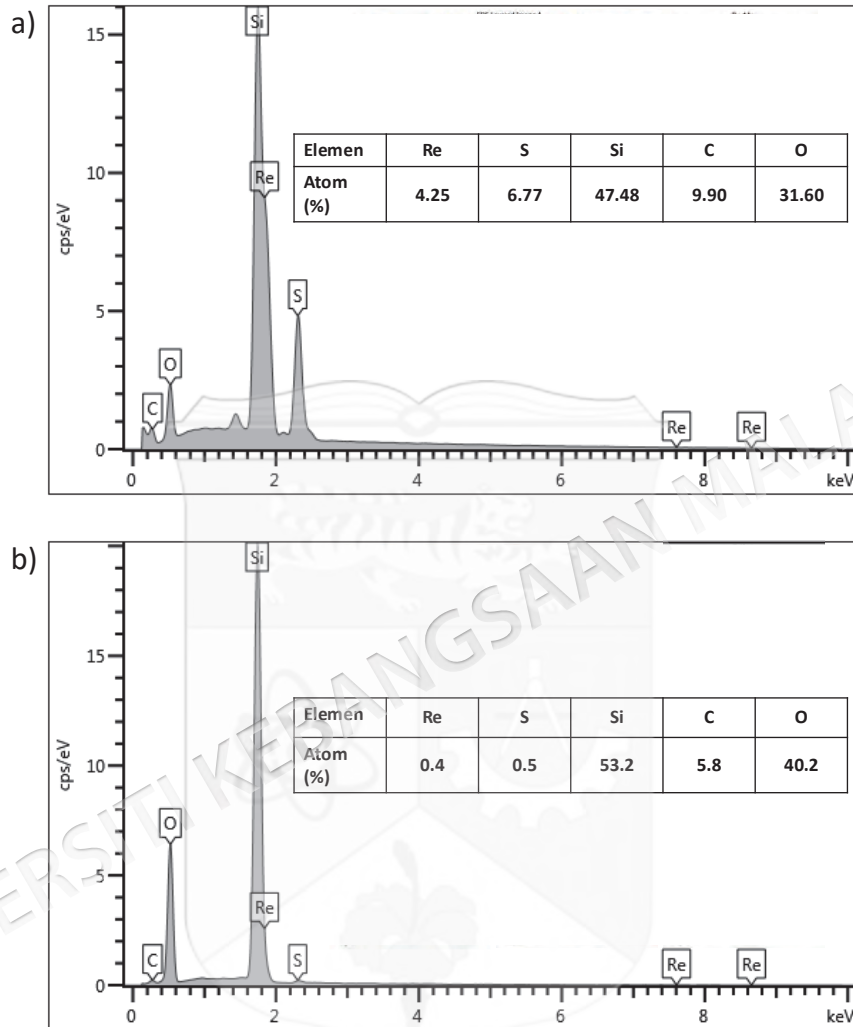
Rajah 5.5 Frekuensi bagi puncak I dan II yang dilabelkan dalam Rajah 5.4 untuk sampel A-E (paksi-y kiri) serta perbezaan frekuensi antara puncak II dan I (paksi-ykanan).

FWHM puncak Raman merupakan parameter penting dalam menilai tahap kehabluran kepingan  $\text{ReS}_2$  (Singh et al. 2021; Sokolikova et al. 2020). Puncak Raman pada  $\sim 212 \text{ cm}^{-1}$  dipilih untuk perbandingan FWHM kerana (i) keamatan puncaknya yang tinggi dan (ii) bentuk yang jelas (tiada keperluan nyahkonvolusi). Nilai FWHM bagi sampel A hingga E berada dalam julat  $5.5$  hingga  $8.2 \text{ cm}^{-1}$ , dengan nilai purata  $6.7 \pm 0.1 \text{ cm}^{-1}$ . Nilai ini adalah lebih tinggi sedikit berbanding FWHM bagi  $\text{ReS}_2$  yang diperoleh melalui kaedah pengelupasan mekanikal ( $5.3 \text{ cm}^{-1}$ ). Namun, perbezaannya adalah kecil dan masih berada dalam julat yang sama ( $<10 \text{ cm}^{-1}$ ). Ini menunjukkan bahawa sampel  $\text{ReS}_2$  yang disintesis menggunakan teknik CVD mempunyai kehabluran yang baik seperti sampel yang diperoleh melalui pengelupasan mekanikal.

### 5.3.3 Sifat Kimia

Analisis komposisi unsur dilakukan menggunakan EDS bagi dua sampel yang berbeza. **Rajah 5.6 (a)** menunjukkan data EDS bagi sampel dengan morfologi kepingan  $\text{ReS}_2$  yang menegak dan padat (sampel A), manakala **Rajah 5.6 (b)** mewakili data EDS bagi

sampel yang mempunyai orientasi kepingan  $\text{ReS}_2$  secara mendatar pada permukaan substrat (sampel E).

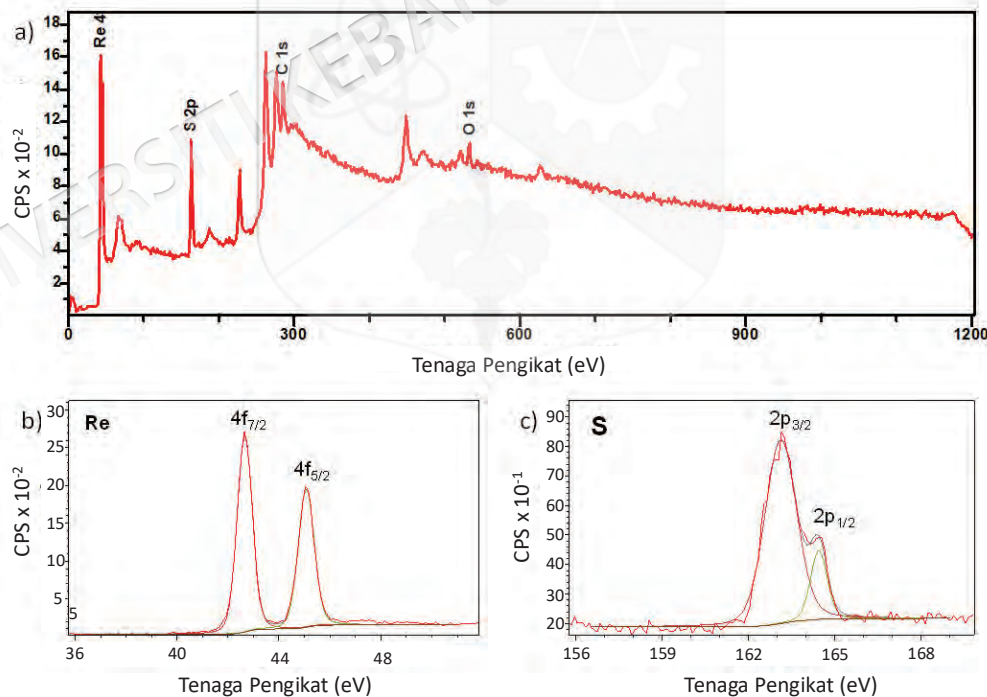


Rajah 5.6 Spektrum EDS bagi (a) sampel A dan (b) sampel E yang memaparkan komposisi unsur dan peratusan atom masing-masing.

Lima jenis unsur telah dikesan iaitu Re, S, Si, O dan C. Unsur Si dan O berasal daripada substrat  $\text{SiO}_2/\text{Si}$ . Hasil pengukuran menunjukkan nisbah Re kepada S ialah 1:1.6 bagi sampel A dan 1:1.3 bagi sampel E. Nilai ini adalah jauh lebih rendah daripada nilai stoikiometri sebenar  $\text{ReS}_2$  iaitu 1:2. Ini kemungkinan besar disebabkan oleh kehadiran puncak Si yang terletak sangat hampir dengan puncak Re ( $\sim 1.8$  keV). Keamatan puncak Si yang tinggi boleh menyebabkan nilai atom% Re yang diperoleh

lebih tinggi daripada nilai sebenar, seterusnya memberi kesan terhadap nilai stoikiometri yang diperoleh. Oleh itu, untuk mendapatkan maklumat yang lebih tepat mengenai komposisi kimia, analisis tambahan dilakukan menggunakan XPS.

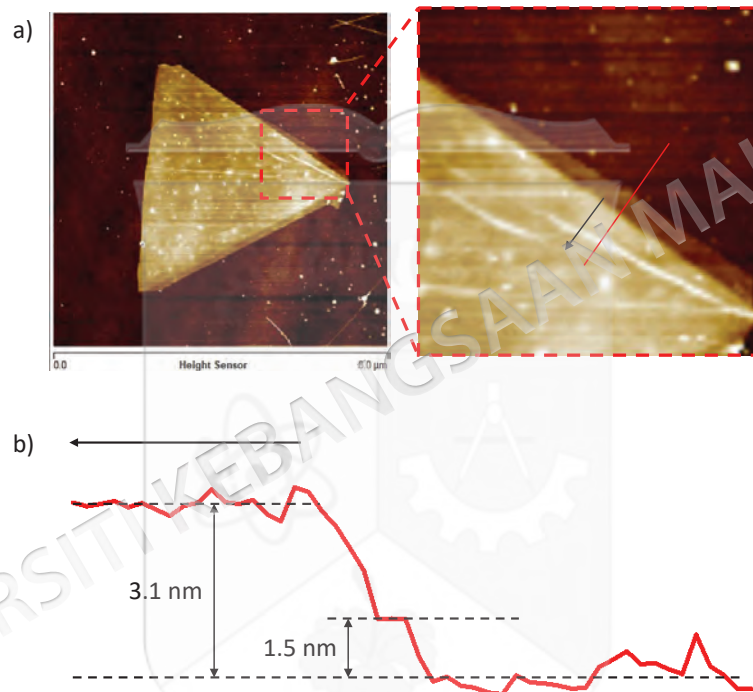
Seterusnya, pengukuran XPS dijalankan bagi mengesahkan sifat kimia dan stoikiometri kepingan  $\text{ReS}_2$  yang disintesis. Spektrum tinjauan dan spektrum resolusi tinggi bagi Re 4f dan S 2p ditunjukkan dalam **Rajah 5.7**. Bagi Re 4f, dua puncak pada tenaga ikatan 42.7 dan 45.1 eV diperhatikan yang masing-masing mewakili dublet  $4f_{7/2}$  dan  $4f_{5/2}$  (Hafeez et al. 2016). Puncak yang dinyahkonvolusi mempunyai nisbah luas 4:3 dan FWHM yang kecil  $\approx 0.7$  eV, menandakan tiada fasa tambahan dikesan. Dua puncak juga diperhatikan bagi S 2p pada tenaga ikatan 163.1 dan 164.4 eV, yang sepadan dengan dublet S  $2p_{3/2}$  dan S  $2p_{1/2}$ . Nisbah luas antara S  $2p_{3/2}$  dan S  $2p_{1/2}$  masing-masing ialah 2:1. Tiada keadaan pengoksidaan lain diperhatikan, menunjukkan tahap pengoksidaan adalah minimum. Berdasarkan tiga pengukuran XPS, purata nisbah atom antara Re dan S ialah 1.9, mengesahkan stoikiometri kepingan  $\text{ReS}_2$  yang diperoleh.



Rajah 5.7 (a) Imbasan tinjauan dan imbasan resolusi tinggi XPS bagi (b) Re 4f dan (c) S 2p.

### 5.3.4 Struktur Hablur

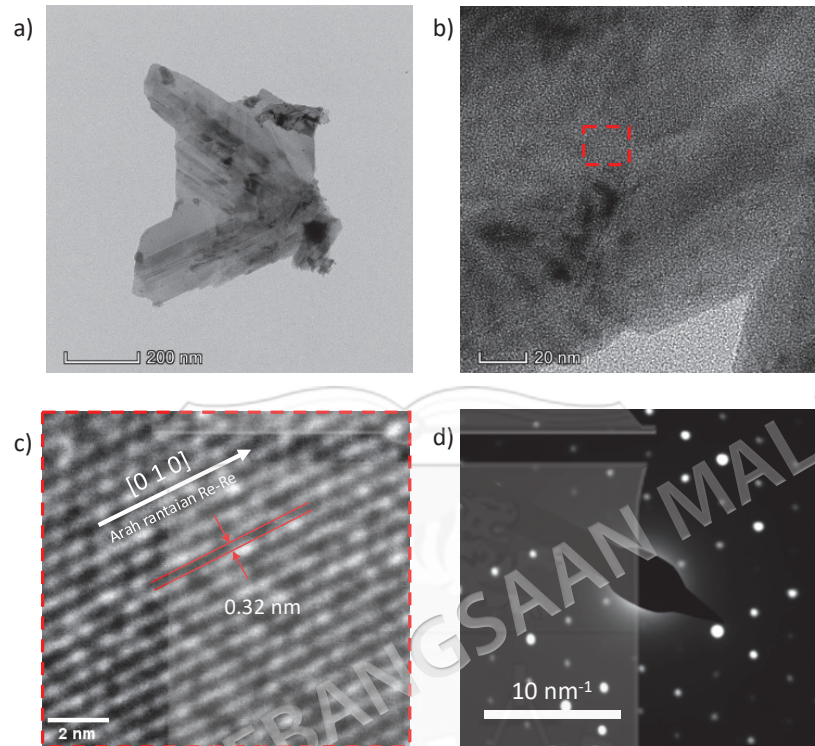
Untuk menentukan ketebalan kepingan  $\text{ReS}_2$  bagi sampel E, pengimejan menggunakan AFM telah dijalankan. **Rajah 5.8** menunjukkan imej imbasan AFM bersaiz  $8 \times 8 \mu\text{m}$  serta profil keratan rentas bagi kepingan  $\text{ReS}_2$  tersebut. Sampel E dipilih kerana kepingan  $\text{ReS}_2$  bagi sampel tersebut adalah terasing dan mendatar. Profil keratan rentas yang diperoleh menunjukkan bentuk seperti anak tangga dengan ketebalan 1.5 nm dan 3.1 nm, yang merujuk kepada ketebalan dua dan empat lapisan.



Rajah 5.8 (a) Imej topologi AFM bagi kepingan segi tiga  $\text{ReS}_2$  daripada sampel E dan (b) profil keratan rentas dan ketebalan kepingan.

Sifat hablur dan struktur kepingan  $\text{ReS}_2$  telah dikaji menggunakan TEM. **Rajah 5.9 (a)** menunjukkan keseluruhan imej kepingan  $\text{ReS}_2$ . Pada pembesaran yang lebih tinggi seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 5.10 (b)** dan **(c)**, pinggir kekisi (lattice fringes) yang jelas dapat diperhatikan dengan jarak antara satah kira-kira 0.32 nm. Nilai ini merujuk kepada rantai Re-Re sepanjang arah kristalografi [010] (Wu et al. 2016). Corak pembelauan yang ditunjukkan dalam **Rajah 5.10 (d)** memperlihatkan tompokan

belauan dalam pola kuasi-heksagonal yang jelas, menandakan bahawa kepingan  $\text{ReS}_2$  yang diperoleh bersifat hablur tunggal.



Rajah 5.9 Imej TEM kepingan  $\text{ReS}_2$  pada (a) pembesaran rendah dan (b) pembesaran tinggi. (c) Imej resolusi tinggi bagi kawasan kotak merah dalam (b). (d) Corak SAED yang menunjukkan titik pembelauan heksagon daripada kepingan  $\text{ReS}_2$ .

Penting untuk dicatat disini bahawa relau zon tunggal telah digunakan dalam kajian ini bagi tujuan sintesis kepingan  $\text{ReS}_2$ . Dalam sistem CVD zon tunggal, suhu substrat dan suhu pelopor tidak dapat dikawal secara berasingan. Oleh itu, penentuan suhu secara berkala serta kawalan suhu persekitaran makmal yang stabil amat penting bagi memastikan ketepatan dan keboleholuan semula. Kekangan ini boleh diatasi dengan menambah elemen pemanas luaran seperti tali pemanas bagi mengawal suhu bahan pelopor  $\text{ReO}_3$  atau sulfur secara bebas. Sebagai alternatif, sistem CVD berbilang zon (contohnya, dua zon atau tiga zon) boleh digunakan untuk memberikan kawalan suhu yang berasingan bagi setiap bahagian. Selain itu, bagi memastikan penghantaran wap Re yang lebih konsisten dan tepat, penggunaan sistem *bubbler* juga boleh dipertimbangkan.

### 5.3.5 Sifat Optik

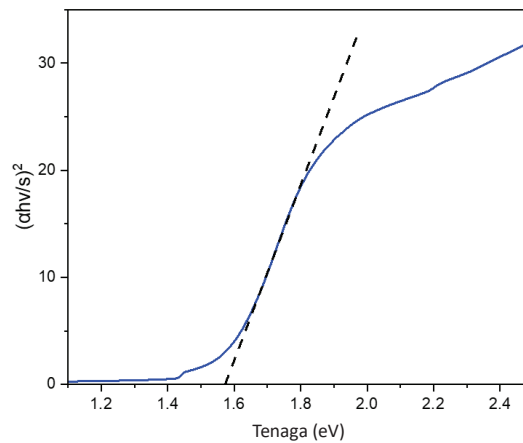
Seterusnya, jurang jalur  $\text{ReS}_2$  ditentukan menggunakan spektroskopi UV-Vis. Kesandaran pekali serapan,  $\alpha$ , terhadap tenaga biasanya dijelaskan menggunakan kaedah Tauc, yang dinyatakan seperti berikut (Makula et al. 2018):

$$f(\alpha h\nu)^{1/y} = B(h\nu - E_g) \quad \dots(4.1)$$

di mana  $h$  ialah pemalar Planck,  $\nu$  ialah frekuensi foton,  $E_g$  ialah tenaga jurang jalur,  $y$  ialah eksponen Tauc, dan  $B$  ialah pemalar perkadaran. Nilai  $y$  bergantung pada jenis peralihan elektron sama ada  $\frac{1}{2}$  bagi peralihan langsung dan 2 bagi peralihan tidak langsung. Bagi bahan atau filem yang ditumbuh pada substrat legap, jurang jalur biasanya ditentukan daripada spektra pemantulan resap. Data pemantulan resap tersebut kemudian ditukar kepada penyerapan optik menggunakan teori Kubelka-Munk (Nakamura et al. 2002):

$$\frac{\alpha}{s} = \frac{(1 - R_d)^2}{2R_d} \quad \dots(4.2)$$

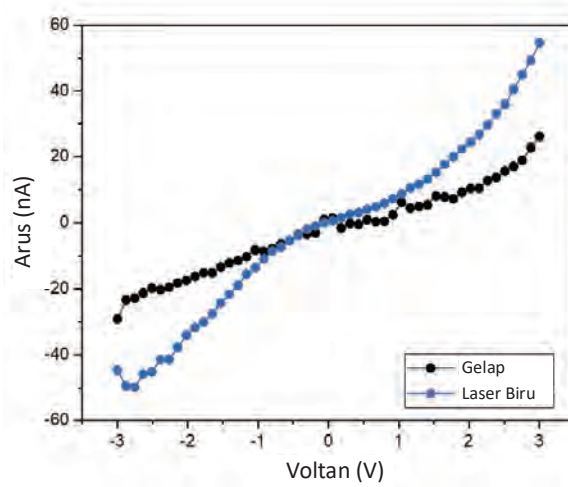
di mana  $R_d$  ialah pemantulan resap dan  $s$  ialah pekali serakan. Oleh kerana  $s$  biasanya tidak bergantung pada tenaga foton ( $h\nu$ ) sekitar tepi jalur, ia biasanya dianggap sebagai pemalar. Oleh itu, plot  $(\alpha h\nu/s)$  lawan  $h\nu$  sering digunakan untuk mewakili penyerapan optik sesuatu sampel. Memandangkan  $\text{ReS}_2$  merupakan bahan dengan jurang jalur langsung,  $y = \frac{1}{2}$  digunakan, dan  $(\alpha h\nu/s)^2$  diplot melawan tenaga foton, seperti yang ditunjukkan dalam **Rajah 5.10**. Berdasarkan persamaan (4.1), tenaga jurang jalur boleh dianggarkan daripada persilangan antara paksi-x dan padanan linear. Tenaga jurang jalur yang diperoleh dalam kajian ini ialah 1.57 eV, konsisten dengan nilai yang dilaporkan sebelum ini (1.4-1.55 eV) (Dileep et al. 2016; Ghoshal et al. 2018; Schiettecatte et al. 2021).



Rajah 5.10 Plot  $(\alpha hv/s)^2$  lawan tenaga yang diperoleh dari hasil pencirian UV-Vis sampel  $\text{ReS}_2$

#### 5.4 KEUPAYAAN FOTOESPON

Akhir sekali, ciri I-V bagi peranti  $\text{ReS}_2$  yang difabrikasi diukur dalam keadaan gelap dan di bawah pencahayaan untuk menilai tingkah laku fotoresponsnya. Sumber cahaya yang digunakan semasa pengukuran ialah laser biru gelombang berterusan dengan panjang gelombang 450 nm dan kuasa insiden  $36 \text{ mWcm}^{-2}$ . Lengkung I-V diukur dengan mengimbas voltan antara -3 hingga 3 V, seperti ditunjukkan dalam **Rajah 5.11**. Dalam keadaan gelap, peranti menunjukkan arus sebanyak 27 nA pada 3 V, menandakan pengaliran intrinsik dalam saluran  $\text{ReS}_2$  tanpa kehadiran pembawa cas yang dijana cahaya. Apabila peranti disinari dengan cahaya laser, arus output meningkat pada 55 nA pada voltan yang sama. Peningkatan arus hampir dua kali ganda ini menunjukkan proses penjanaan dan pemisahan pasangan elektron-lohong yang berkesan dalam saluran  $\text{ReS}_2$ , sekali gus menyumbang kepada peningkatan arus foto keseluruhan. Jika dibandingkan dengan peranti  $\text{ReS}_2$  yang diperoleh melalui pengelupasan mekanikal dalam bab 4, peranti  $\text{ReS}_2$  yang ditumbuhkan melalui kaedah CVD menunjukkan arus yang lebih tinggi tetapi masih lagi dalam skala nA.



Rajah 5.11 Ciri I-V peranti ReS<sub>2</sub> diukur dalam gelap dan di bawah cahaya laser biru 450 nm

## BAB VI

### RUMUSAN

#### 6.1 PENGENALAN

Bab ini merumuskan dapatan utama daripada kajian yang telah dijalankan. Di samping itu, perbincangan turut merangkumi cadangan serta penambahbaikan yang berpotensi untuk meningkatkan kualiti kajian pada masa hadapan.

#### 6.2 KESIMPULAN

Sebagai rumusan, kajian ini melaporkan sintesis dan pencirian kepingan nano  $\text{ReS}_2$  yang dihasilkan menggunakan kaedah pengelupasan mekanikal dan CVD. Orientasi, saiz, dan kepadatan kepingan  $\text{ReS}_2$  yang ditumbuh menggunakan teknik CVD didapati sangat bergantung kepada jarak antara pelopor renium dan substrat serta suhu pertumbuhan. Jarak pelopor-substrat yang lebih dekat menghasilkan kepadatan kepingan menegak yang lebih tinggi, manakala suhu pertumbuhan yang lebih tinggi menggalakkan pembentukan kepingan planar atau mendatar. Kepingan  $\text{ReS}_2$  planar berjaya diperoleh pada suhu substrat yang tinggi, iaitu  $850^\circ\text{C}$ , dan kepekatan wap renium yang rendah, dengan memanaskan pelopor  $\text{ReO}_3$  menghampiri takat leburnya. Spektrum Raman bagi semua sampel menunjukkan kehadiran puncak  $E_g$ ,  $A_g$ , dan  $C_p$  bahan  $\text{ReS}_2$ . Nisbah atom antara Re dan S yang diperoleh ialah 1.9, yang hampir nilai stoikiometri. Analisis TEM dan SAED mengesahkan bahawa kepingan  $\text{ReS}_2$  yang dihasilkan adalah hablur tunggal dengan fasa 1T terherot. Ketebalan kepingan yang diperoleh adalah dwilapisan hingga berbilang lapisan, manakala tenaga jurang jalur yang diukur ialah 1.57 eV. Hasil kajian ini menekankan kepentingan mengoptimumkan parameter CVD untuk menghasilkan kepingan  $\text{ReS}_2$  planar yang berkualiti tinggi, yang

penting untuk pembangunan peranti fotopengesan berasaskan  $\text{ReS}_2$  berprestasi tinggi serta peranti optoelektronik yang lain.

### 6.3 CADANGAN KAJIAN LANJUTAN

Kajian ini terhad kepada membincangkan pengoptimuman parameter pertumbuhan  $\text{ReS}_2$  di atas substrat berkeluasan kecil. Kajian lanjutan yang dicadangkan ialah untuk meningkatkan keseragaman pemendapan  $\text{ReS}_2$  pada substrat bersaiz besar menggunakan sistem relau tiub mendatar satu zon. Memandangkan variasi kepekatan wap pelopor sepanjang arah aliran gas merupakan cabaran utama dalam konfigurasi ini, penambahbaikan boleh difokuskan kepada pengawalan kadar aliran gas pembawa serta kedudukan relatif pelopor dan substrat bagi memastikan penghantaran wap yang lebih seragam. Selain itu, penggunaan kaedah pemuatan substrat yang konsisten dan pengoptimuman jarak antara sumber pelopor dan substrat dijangka dapat mengurangkan gradien pertumbuhan, sekali gus menyokong pembentukan lapisan  $\text{ReS}_2$  yang lebih seragam dan berterusan merentasi kawasan substrat yang lebih luas.

Selain itu, kajian pada masa hadapan boleh memberi fokus kepada peranti  $\text{ReS}_2$  tiga terminal seperti fototransistor. Pencirian elektrik yang lebih menyeluruh termasuk pengukuran mobiliti pembawa, nisbah buka/tutup, pengukuran masa gerakbalas dan pengujian menggunakan laser dengan panjang gelombang yang lebih panjang.

Di samping itu, prestasi peranti  $\text{ReS}_2$  sangat dipengaruhi oleh kualiti sentuhan logam-semikonduktor. Sentuhan antara logam tiga dimensi (3D) konvensional seperti emas dengan bahan TMD lazimnya membentuk halangan Schottky akibat ketidakpadanan fungsi kerja dan penjajaran aras tenaga, yang seterusnya mengehadkan pengangkutan pembawa cas dan menjejaskan prestasi peranti. Oleh itu, kajian lanjutan dicadangkan untuk menumpukan kepada pemilihan logam sentuhan alternatif yang berpotensi membentuk sentuhan ohmik dengan  $\text{ReS}_2$ , seperti antimoni (Sb) dan bismut (Bi) bagimengurangkan rintangan sentuhan dan meningkatkan kecekapan pengangkutan pembawa cas.

# RUJUKAN

- Acar, M. & Gür, E. 2021. Sputtered 2d Transition Metal Dichalcogenides: From Growth to Deviceapplications. *Turkish Journal of Physics* 45(3): 131-147.
- Ahinayadullah, S., Johari, M. H., Ruslan, M. F. M., Fatmasari, M., Umar, A. A. & Mohmad, A. R. J. S. M. 2025. Synthesis and Growth Mechanism of NbS<sub>2</sub> Flakes Produced Via Halide Salt-Assisted Chemical Vapor Deposition. 54(4): 1159-1166.
- Amin, B., Kaloni, T. P. & Schwingenschlögl, U. 2014. Strain Engineering of WS<sub>2</sub>, WSe<sub>2</sub>, and WTe<sub>2</sub>. *Rsc Advances* 4(65): 34561-34565.
- Bangolla, H. K., Fakhri, M. Y., Lin, C.-H., Cheng, C.-M., Lu, Y.-H., Fu, T.-Y., Selvarasu, P., Ulaganathan, R. K., Sankar, R. & Chen, R.-S. 2023. Electrical and Optoelectronic Anisotropy and Surface Electron Accumulation in ReS<sub>2</sub> Nanostructures. *Nanoscale* 15(48): 19735-19745.
- Bertolazzi, S., Brivio, J. & Kis, A. 2011. Stretching and Breaking of Ultrathin MoS<sub>2</sub>. *ACS nano* 5(12): 9703-9709.
- Bertran-Serra, E., Musheghyan-Avetisyan, A., Chaitoglou, S., Amade-Rovira, R., Alshaikh, I., Pantoja-Suárez, F., Andújar-Bella, J.-L., Jawhari, T., Perez-Del-Pino, A. & Gyorgy, E. 2023. Temperature-Modulated Synthesis of Vertically Oriented Atomic Bilayer Graphene Nanowalls Grown on Stainless Steel by Inductively Coupled Plasma Chemical Vapour Deposition. *Applied Surface Science* 610(155530).
- Bhowmik, S. & Rajan, A. G. 2022. Chemical Vapor Deposition of 2d Materials: A Review of Modeling, Simulation, and Machine Learning Studies. *Iscience* 25(3):
- Burton, W., Cabrera, N. & Frank, F. 1956. Te Growth of Crystals and the Equilibrium Structure of Their Surfaces. *Phil Trans R Soc* 243(866): 299-358.
- Cai, Z., Liu, B., Zou, X. & Cheng, H.-M. 2018. Chemical Vapor Deposition Growth and Applications of Two-Dimensional Materials and Their Heterostructures. *Chemical reviews* 118(13): 6091-6133.
- Chaitoglou, S., Amade, R. & Bertran, E. 2022. Insights into the Inherent Properties of Vertical Graphene Flakes Towards Hydrogen Evolution Reaction. *Applied Surface Science* 592(153327).
- Chen, H., Fei, W., Zhou, J., Miao, C. & Guo, W. J. S. 2016. Layer Identification of Colorful Black Phosphorus. 13(5):
- Chen, P., Wang, J., Lu, Y., Zhang, S., Liu, X., Hou, W., Wang, Z., Wang, L. & Nanostructures. 2017. The Fabrication of ReS<sub>2</sub> Flowers at Controlled Locations by Chemical Vapor Deposition. *Physica E: Low-dimensional Systems* 89(115-118).

- Chenet, D. A., Aslan, B., Huang, P. Y., Fan, C., Van Der Zande, A. M., Heinz, T. F. & Hone, J. C. 2015. In-Plane Anisotropy in Mono-and Few-Layer ReS<sub>2</sub> Probed by Raman Spectroscopy and Scanning Transmission Electron Microscopy. *Nano letters* 15(9): 5667-5672.
- Cheng, Z., Cao, R., Wei, K., Yao, Y., Liu, X., Kang, J., Dong, J., Shi, Z., Zhang, H. & Zhang, X. 2021. 2d Materials Enabled Next-Generation Integrated Optoelectronics: From Fabrication to Applications. *Advanced Science* 8(11): 2003834.
- Chernikov, A., Ruppert, C., Hill, H. M., Rigosi, A. F. & Heinz, T. F. 2015. Population Inversion and Giant Bandgap Renormalization in Atomically Thin WS<sub>2</sub> Layers. *Nature Photonics* 9(7): 466-470.
- Diery, W. 2021. Electronic Properties, Stability, and Lattice Thermal Conductivity of Bulk Janus 3r-Ptxy (X, Y= S, Se, Te) Transition-Metal Dichalcogenide. *The European Physical Journal B* 94(1-10).
- Dileep, K., Sahu, R., Sarkar, S., Peter, S. C. & Datta, R. 2016. Layer Specific Optical Band Gap Measurement at Nanoscale in MoS<sub>2</sub> and ReS<sub>2</sub> Van Der Waals Compounds by High Resolution Electron Energy Loss Spectroscopy. *Journal of Applied Physics* 119(11): 113101.
- Fadhel, M. M., Ali, N., Rashid, H., Sapiee, N. M., Hamzah, A. E., Zan, M. S. D., Aziz, N. A. & Arsad, N. 2021. A Review on Rhenium Disulfide: Synthesis Approaches, Optical Properties, and Applications in Pulsed Lasers. *Nanomaterials* 11(9): 2367.
- Feng, Y., Zhou, W., Wang, Y., Zhou, J., Liu, E., Fu, Y., Ni, Z., Wu, X., Yuan, H. & Miao, F. 2015. Raman Vibrational Spectra of Bulk to Monolayer ReS<sub>2</sub> with Lower Symmetry. *Physical Review B* 92(5): 054110.
- Firbank, M., Hiraoka, M., Essenpreis, M. & Delpy, D. 1993. Measurement of the Optical Properties of the Skull in the Wavelength Range 650-950 Nm. *Physics in Medicine & Biology* 38(4): 503.
- Fujita, T., Ito, Y., Tan, Y., Yamaguchi, H., Hojo, D., Hirata, A., Voiry, D., Chhowalla, M. & Chen, M. 2014. Chemically Exfoliated ReS<sub>2</sub> Nanosheets. *Nanoscale* 6(21): 12458-12462.
- Gadde, J. R., Karmakar, A., Maji, T. K., Mukherjee, S., Alexander, R., Sharma, A. M., Das, S., Mandal, A., Dasgupta, K. & Naik, A. 2021. Two-Dimensional ReS<sub>2</sub>: Solution to the Unresolved Queries on Its Structure and Inter-Layer Coupling Leading to Potential Optical Applications. *Physical Review Materials* 5(5): 054006.
- Gao, H., Du, C., Sun, J., Zhang, J., Leng, J., Li, J., Wang, W. & Li, K. 2023. Enhanced Optoelectronic Performances of FePS<sub>3</sub>/ ReS<sub>2</sub> Van Der Waals Heterostructures with Type-II Band Alignment. *Materials Today Communications* 35(105959).

- Gao, J., Li, L., Tan, J., Sun, H., Li, B., Idrobo, J. C., Singh, C. V., Lu, T.-M. & Koratkar, N. 2016. Vertically Oriented Arrays of ReS<sub>2</sub> Nanosheets for Electrochemical Energy Storage and Electrocatalysis. *Nano letters* 16(6): 3780-3787.
- García, R. P. 2018. Controlled Deposition of Fullerenes: Effects of Topological Nano-Modifications of a Surface on Aggregation and Growth Phenomena. Technische Universität Berlin.
- Ghetiya, A., Chaki, S. H., Khimani, A. J., Hirpara, A. B., Kannaujiya, R. M., Patel, S. & Deshpande, M. P. 2021. Growth and Characterizations of Rhenium Disulfide (ReS<sub>2</sub>) Single Crystals. *physica status solidi* 218(11): 2000687.
- Ghoshal, D., Yoshimura, A., Gupta, T., House, A., Basu, S., Chen, Y., Wang, T., Yang, Y., Shou, W. & Hachtel, J. A. 2018. Theoretical and Experimental Insight into the Mechanism for Spontaneous Vertical Growth of ReS<sub>2</sub> Nanosheets. *Advanced Functional Materials* 28(30): 1801286.
- Guo, Z., Wei, A., He, Y., He, C., Liu, J. & Liu, Z. 2019. Controllable Growth of Large-Area Monolayer ReS<sub>2</sub> Flakes by Chemical Vapor Deposition. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 30(15042-15053).
- Hafeez, M., Gan, L., Li, H., Ma, Y. & Zhai, T. 2016. Large-Area Bilayer ReS<sub>2</sub> Film/Multilayer ReS<sub>2</sub> Flakes Synthesized by Chemical Vapor Deposition for High Performance Photodetectors. *Advanced Functional Materials* 26(25): 4551-4560.
- He, R., Yan, J.-A., Yin, Z., Ye, Z., Ye, G., Cheng, J., Li, J. & Lui, C. 2016. Coupling and Stacking Order of ReS<sub>2</sub> Atomic Layers Revealed by Ultralow-Frequency Raman Spectroscopy. *Nano letters* 16(2): 1404-1409.
- He, X., Liu, F., Hu, P., Fu, W., Wang, X., Zeng, Q., Zhao, W. & Liu, Z. 2015. Chemical Vapor Deposition of High-Quality and Atomically Layered ReS<sub>2</sub>. *Small* 11(40): 5423-5429.
- Hsu, W.-T., Lu, L.-S., Wang, D., Huang, J.-K., Li, M.-Y., Chang, T.-R., Chou, Y.-C., Juang, Z.-Y., Jeng, H.-T. & Li, L.-J. 2017. Evidence of Indirect Gap in Monolayer WSe<sub>2</sub>. *Nature communications* 8(1): 929.
- Jacques, S. L. 2013. Optical Properties of Biological Tissues: A Review. *Physics in Medicine & Biology* 58(11): R37.
- Jariwala, B., Voiry, D., Jindal, A., Chalke, B. A., Bapat, R., Thamizhavel, A., Chhowalla, M., Deshmukh, M. & Bhattacharya, A. 2016. Synthesis and Characterization of ReS<sub>2</sub> and ReSe<sub>2</sub> Layered Chalcogenide Single Crystals. *Chemistry of Materials* 28(10): 3352-3359.
- Jeon, D., Kim, H., Gu, M. & Kim, T. 2023. Imaging Fermi-Level Hysteresis in Nanoscale Bubbles of Few-Layer MoS<sub>2</sub>. *Communications Materials* 4(1): 62.

- Johari, M. H., Sirat, M. S., Mohamed, M. A., Nasir, S. N. F. M., Teridi, M. a. M. & Mohmad, A. R. 2020. Effects of Mo Vapor Concentration on the Morphology of Vertically Standing MoS<sub>2</sub> Nanoflakes. *Nanotechnology* 31(30): 305710.
- Kang, J., Sangwan, V. K., Wood, J. D., Liu, X., Balla, I., Lam, D. & Hersam, M. C. 2016. Layer-by-Layer Sorting of Rhenium Disulfide Via High-Density Isopycnic Density Gradient Ultracentrifugation. *Nano letters* 16(11): 7216-7223.
- Keyshar, K., Gong, Y., Ye, G., Brunetto, G., Zhou, W., Cole, D. P., Hackenberg, K., He, Y., Machado, L. & Kabbani, M. 2015. Chemical Vapor Deposition of Monolayer Rhenium Disulfide (ReS<sub>2</sub>). *Advanced Materials* 27(31): 4640-4648.
- Kim, Y., Kang, B., Choi, Y., Cho, J. H. & Lee, C. 2017. Direct Synthesis of Large-Area Continuous ReS<sub>2</sub> Films on a Flexible Glass at Low Temperature. *2D Materials* 4(2): 025057.
- Kumar, M., Park, D. Y., Singh, R., Jeong, M. S., Som, T. & Kim, J. 2019. Growth of Wafer-Scale ReS<sub>2</sub> with “Tunable” Geometry toward Electron Field-Emission Application. *ACS applied materials interfaces* 11(39): 35845-35852.
- Lee, C., Wei, X., Kysar, J. W. & Hone, J. 2008. Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene. *Science* 321(5887): 385-388.
- Lei, Z., Zhan, J., Tang, L., Zhang, Y. & Wang, Y. 2018. Recent Development of Metallic (1t) Phase of Molybdenum Disulfide for Energy Conversion and Storage. *Advanced Energy Materials* 8(19): 1703482.
- Li, G., Su, R., Rao, J., Wu, J., Rudolf, P., Blake, G. R., De Groot, R. A., Besenbacher, F. & Palstra, T. T. 2016. Band Gap Narrowing of Sns 2 Superstructures with Improved Hydrogen Production. *Journal of Materials Chemistry A* 4(1): 209-216.
- Li, L., Han, W., Pi, L., Niu, P., Han, J., Wang, C., Su, B., Li, H., Xiong, J. & Bando, Y. 2019. Emerging in-Plane Anisotropic Two-Dimensional Materials. *InfoMat* 1(1): 54-73.
- Li, X., Chen, C., Yang, Y., Lei, Z. & Xu, H. 2020. 2d Re-Based Transition Metal Chalcogenides: Progress, Challenges, and Opportunities. *Advanced Science* 7(23): 2002320.
- Li, X., Cui, F., Feng, Q., Wang, G., Xu, X., Wu, J., Mao, N., Liang, X., Zhang, Z. & Zhang, J. 2016. Controlled Growth of Large-Area Anisotropic ReS<sub>2</sub> Atomic Layer and Its Photodetector Application. *Nanoscale* 8(45): 18956-18962.
- Lim, J., Jeon, D., Lee, S., Yu, J. S. & Lee, S. 2019. Nucleation Promoted Synthesis of Large-Area ReS<sub>2</sub> Film for High-Speed Photodetectors. *Nanotechnology* 31(11): 115603.
- Lin, Y.-C., Komsa, H.-P., Yeh, C.-H., Bjorkman, T., Liang, Z.-Y., Ho, C.-H., Huang, Y.-S., Chiu, P.-W., Krashennnikov, A. V. & Suenaga, K. 2015. Single-Layer

- ReS<sub>2</sub>: Two-Dimensional Semiconductor with Tunable in-Plane Anisotropy. *ACS nano* 9(11): 11249-11257.
- Liu, C., Guo, J., Yu, L., Li, J., Zhang, M., Li, H., Shi, Y., Dai, D. & Applications. 2021. Silicon/2d-Material Photodetectors: From near-Infrared to Mid-Infrared. *Light: Science* 10(1): 123.
- Liu, E., Fu, Y., Wang, Y., Feng, Y., Liu, H., Wan, X., Zhou, W., Wang, B., Shao, L. & Ho, C.-H. 2015. Integrated Digital Inverters Based on Two-Dimensional Anisotropic ReS<sub>2</sub> Field-Effect Transistors. *Nature communications* 6(1): 1-7.
- Liu, E., Long, M., Zeng, J., Luo, W., Wang, Y., Pan, Y., Zhou, W., Wang, B., Hu, W. & Ni, Z. 2016. High Responsivity Phototransistors Based on Few-Layer ReS<sub>2</sub> for Weak Signal Detection. *Advanced Functional Materials* 26(12): 1938-1944.
- Liu, F., Shimotani, H., Shang, H., Kanagasekaran, T., Zólyomi, V., Drummond, N., Fal'ko, V. I. & Tanigaki, K. 2014. High-Sensitivity Photodetectors Based on Multilayer Gate Flakes. *ACS nano* 8(1): 752-760.
- Liu, K. & Wu, J. 2016. Mechanical Properties of Two-Dimensional Materials and Heterostructures. *Journal of Materials Research* 31(7): 832-844.
- Liu, Y., Duan, X., Huang, Y. & Duan, X. 2018. Two-Dimensional Transistors Beyond Graphene and Tmdcs. *Chemical Society Reviews* 47(16): 6388-6409.
- Lopez-Sanchez, O., Lembke, D., Kayci, M., Radenovic, A. & Kis, A. 2013. Ultrasensitive Photodetectors Based on Monolayer MoS<sub>2</sub>. *Nature Nanotechnology* 8(7): 497-501.
- Lorchat, E., Froehlicher, G. & Berciaud, S. 2016. Splitting of Interlayer Shear Modes and Photon Energy Dependent Anisotropic Raman Response in N-Layer ReSe<sub>2</sub> and ReS<sub>2</sub>. *ACS nano* 10(2): 2752-2760.
- Lv, R., Robinson, J. A., Schaak, R. E., Sun, D., Sun, Y., Mallouk, T. E. & Terrones, M. 2015. Transition Metal Dichalcogenides and Beyond: Synthesis, Properties, and Applications of Single-and Few-Layer Nanosheets. *Accounts of chemical research* 48(1): 56-64.
- Mak, K. F., Lee, C., Hone, J., Shan, J. & Heinz, T. F. 2010. Atomically Thin MoS<sub>2</sub>: A New Direct-Gap Semiconductor. *Physical review letters* 105(13): 136805.
- Makula, P., Pacia, M. & Macyk, W. 2018. How to Correctly Determine the Band Gap Energy of Modified Semiconductor Photocatalysts Based on Uv-Vis Spectra. *The journal of physical chemistry letters*, ACS Publications. 9: 6814-6817.
- Mattox, D. M. 2010. *Handbook of Physical Vapor Deposition (Pvd) Processing*. William Andrew.
- Miao, Z. H., Lv, L. X., Li, K., Liu, P. Y., Li, Z., Yang, H., Zhao, Q., Chang, M., Zhen, L. & Xu, C. Y. 2018. Liquid Exfoliation of Colloidal Rhenium Disulfide

- Nanosheets as a Multifunctional Theranostic Agent for in Vivo Photoacoustic/Ct Imaging and Photothermal Therapy. *Small* 14(14): 1703789.
- Mueller, T., Xia, F. & Avouris, P. 2010. Graphene Photodetectors for High-Speed Optical Communications. *Nature Photonics* 4(5): 297-301.
- Nakamura, T., Suemasu, T., Takakura, K.-I., Hasegawa, F., Wakahara, A. & Imai, M. 2002. Investigation of the Energy Band Structure of Orthorhombic Basi 2 by Optical and Electrical Measurements and Theoretical Calculations. *Applied Physics Letters* 81(6): 1032-1034.
- Novoselov, K. S., Geim, A. K., Morozov, S. V., Jiang, D.-E., Zhang, Y., Dubonos, S. V., Grigorieva, I. V. & Firsov, A. A. 2004. Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. *Science* 306(5696): 666-669.
- Novoselov, K. S., Geim, A. K., Morozov, S. V., Jiang, D., Katsnelson, M. I., Grigorieva, I. V., Dubonos, S. V. & Firsov, A. A. 2005. Two-Dimensional Gas of Massless Dirac Fermions in Graphene. *Nature* 438(7065): 197-200.
- Pandey, S. K., Das, R. & Mahadevan, P. 2020. Layer-Dependent Electronic Structure Changes in Transition Metal Dichalcogenides: The Microscopic Origin. *ACS omega* 5(25): 15169-15176.
- Park, J. Y., Joe, H.-E., Yoon, H. S., Yoo, S., Kim, T., Kang, K., Min, B.-K. & Jun, S. C. 2017. Contact Effect of ReS<sub>2</sub>/Metal Interface. *ACS applied materials interfaces* 9(31): 26325-26332.
- Park, S., Ha, J., Khan, M. F., Im, C., Park, J. Y., Yoo, S. H., Rehman, M. A., Kang, K., Lee, S. H. & Jun, S. C. 2022. Pronounced Optoelectronic Effect in N-N ReS<sub>2</sub> Homostructure. *ACS Applied Electronic Materials* 4(9): 4306-4315.
- Patil, C., Dalir, H., Kang, J. H., Davydov, A., Wong, C. W. & Sorger, V. J. 2022. Highly Accurate, Reliable, and Non-Contaminating Two-Dimensional Material Transfer System. *Applied Physics Reviews* 9(1):
- Pierson, H. O. 1999. *Handbook of Chemical Vapor Deposition: Principles, Technology and Applications*. William Andrew.
- Pradhan, N. R., McCreary, A., Rhodes, D., Lu, Z., Feng, S., Manousakis, E., Smirnov, D., Namburu, R., Dubey, M. & Hight Walker, A. R. 2015. Metal to Insulator Quantum-Phase Transition in Few-Layered ReS<sub>2</sub>. *Nano letters* 15(12): 8377-8384.
- Qi, F., Chen, Y., Zheng, B., Zhou, J., Wang, X., Li, P. & Zhang, W. 2016. Facile Growth of Large-Area and High-Quality Few-Layer ReS<sub>2</sub> by Physical Vapour Deposition. *Materials Letters* 184(324-327).
- Qiao, X.-F., Wu, J.-B., Zhou, L., Qiao, J., Shi, W., Chen, T., Zhang, X., Zhang, J., Ji, W. & Tan, P.-H. 2016. Polytypism and Unexpected Strong Interlayer Coupling in Two-Dimensional Layered ReS<sub>2</sub>. *Nanoscale* 8(15): 8324-8332.

- Qin, J.-K., Shao, W.-Z., Li, Y., Xu, C.-Y., Ren, D.-D., Song, X.-G. & Zhen, L. 2017. Van Der Waals Epitaxy of Large-Area Continuous ReS<sub>2</sub> Films on Mica Substrate. *RSC advances* 7(39): 24188-24194.
- Qin, J.-K., Shao, W.-Z., Xu, C.-Y., Li, Y., Ren, D.-D., Song, X.-G. & Zhen, L. 2017. Chemical Vapor Deposition Growth of Degenerate P-Type Mo-Doped ReS<sub>2</sub> Films and Their Homojunction. *ACS Applied Materials Interfaces* 9(18): 15583-15591.
- Rahman, M., Davey, K. & Qiao, S. Z. 2017. Advent of 2d Rhenium Disulfide (ReS<sub>2</sub>): Fundamentals to Applications. *Advanced Functional Materials* 27(10): 1606129.
- Raza, A., Kumar, U., Hassan, J., Ikram, M., Ul-Hamid, A., Haider, J., Imran, M. & Ali, S. 2020. A Comparative Study of Dirac 2d Materials, Tmdcs and 2d Insulators with Regard to Their Structures and Photocatalytic/Sonophotocatalytic Behavior. *Applied Nanoscience* 10(3875-3899).
- Rosnagel, S. 2003. Thin Film Deposition with Physical Vapor Deposition and Related Technologies. *Journal of Vacuum Science Technology A: Vacuum, Surfaces, Films* 21(5): S74-S87.
- Ruppert, C., Aslan, B. & Heinz, T. F. 2014. Optical Properties and Band Gap of Single- and Few-Layer MoTe<sub>2</sub> Crystals. *Nano letters* 14(11): 6231-6236.
- Salazar, M. F., Frausto-Avila, C. M., De Jesús Bautista, J. A., Polumati, G., Martínez, B. a. M., Reddy, K. C. S., Hernández-Vázquez, M. Á., Strupiechonski, E., Sahatiya, P. & Quiroz-Juárez, M. A. 2024. Improving the Coverage Area and Flake Size of ReS<sub>2</sub> through Machine Learning in Apcvd. *Nanotechnology* 35(50): 505705.
- Schiettecatte, P., Poonia, D., Tanghe, I., Maiti, S., Failla, M., Kinge, S., Hens, Z., Siebbeles, L. D. & Geiregat, P. 2021. Unraveling the Photophysics of Liquid-Phase Exfoliated Two-Dimensional ReS<sub>2</sub> Nanoflakes. *The Journal of Physical Chemistry C* 125(38): 20993-21002.
- Schmidt, P., Binnewies, M., Glaum, R. & Schmidt, M. 2013. Advanced Topics on Crystal Growth.
- Schwierz, F., Pezoldt, J. & Granzner, R. 2015. Two-Dimensional Materials and Their Prospects in Transistor Electronics. *Nanoscale* 7(18): 8261-8283.
- Senior, J. M. & Jamro, M. Y. 2009. *Optical Fiber Communications: Principles and Practice*. Pearson Education.
- Shanmugam, V., Mensah, R. A., Babu, K., Gawusu, S., Chanda, A., Tu, Y., Neisiany, R. E., Försth, M., Sas, G., Das, O. & Characterization, P. S. 2022. A Review of the Synthesis, Properties, and Applications of 2d Materials. *Particle* 39(6): 2200031.

- Shepelin, N. A., Tehrani, Z. P., Ohannessian, N., Schneider, C. W., Pergolesi, D. & Lippert, T. 2023. A Practical Guide to Pulsed Laser Deposition. *Chemical Society Reviews* 52(7): 2294-2321.
- Singh, A., Moun, M., Sharma, M., Barman, A., Kapoor, A. K. & Singh, R. 2021. NaCl-Assisted Substrate Dependent 2d Planar Nucleated Growth of MoS<sub>2</sub>. *Applied Surface Science* 538(148201).
- Sokolikova, M. S. & Mattevi, C. 2020. Direct Synthesis of Metastable Phases of 2d Transition Metal Dichalcogenides. *Chemical Society Reviews* 49(12): 3952-3980.
- Sun, X., Alim, E., Wen, Y., Wu, S., Cai, Y., Wei, Z., Wang, Y., Liang, Y. & Zhang, Z. 2023. Controllable Growth of Large-Scale Continuous ReS<sub>2</sub> Atomic Layers. *Crystals* 13(11): 1548.
- Tang, L., Tan, J., Nong, H., Liu, B. & Cheng, H.-M. 2020. Chemical Vapor Deposition Growth of Two-Dimensional Compound Materials: Controllability, Material Quality, and Growth Mechanism. *Accounts of materials research* 2(1): 36-47.
- Teyssandier, F. & Dollet, A. 1999. Chemical Vapor Deposition. *Pergamon Materials Series* 2(257-285).
- Thomson, G. W. 1946. The Antoine Equation for Vapor-Pressure Data. *Chemical reviews* 38(1): 1-39.
- Tongay, S., Sahin, H., Ko, C., Luce, A., Fan, W., Liu, K., Zhou, J., Huang, Y.-S., Ho, C.-H. & Yan, J. 2014. Monolayer Behaviour in Bulk ReS<sub>2</sub> Due to Electronic and Vibrational Decoupling. *Nature communications* 5(1): 1-6.
- Tongay, S., Zhou, J., Ataca, C., Lo, K., Matthews, T. S., Li, J., Grossman, J. C. & Wu, J. 2012. Thermally Driven Crossover from Indirect toward Direct Bandgap in 2d Semiconductors: MoSe<sub>2</sub> Versus MoS<sub>2</sub>. *Nano letters* 12(11): 5576-5580.
- Tseng, W.-H., Chiu, C.-Y., Chou, S.-W., Chen, H.-C., Tsai, M.-L., Kuo, Y.-C., Lien, D.-H., Tsao, Y.-C., Huang, K.-Y. & Yeh, C.-T. 2015. Shape-Dependent Light Harvesting of 3d Gold Nanocrystals on Bulk Heterojunction Solar Cells: Plasmonic or Optical Scattering Effect? *The Journal of Physical Chemistry C* 119(14): 7554-7564.
- Venables, J., Spiller, G. & Hanbucken, M. 1984. Nucleation and Growth of Thin Films. *Reports on progress in physics* 47(4): 399.
- Vishal, B., Sharona, H., Bhat, U., Paul, A., Sreedhara, M., Rajaji, V., Sarma, S., Narayana, C., Peter, S. & Datta, R. 2019. Growth of ReS<sub>2</sub> Thin Films by Pulsed Laser Deposition. *Thin Solid Films* 685(81-87).
- Wang, R., Yu, Y., Zhou, S., Li, H., Wong, H., Luo, Z., Gan, L. & Zhai, T. 2018. Strategies on Phase Control in Transition Metal Dichalcogenides. *Advanced Functional Materials* 28(47): 1802473.

- Wang, S., Rong, Y., Fan, Y., Pacios, M., Bhaskaran, H., He, K. & Warner, J. H. 2014. Shape Evolution of Monolayer MoS<sub>2</sub> Crystals Grown by Chemical Vapor Deposition. *Chemistry of Materials* 26(22): 6371-6379.
- Webb, J. L., Hart, L. S., Wolverson, D., Chen, C., Avila, J. & Asensio, M. C. 2017. Electronic Band Structure of ReS<sub>2</sub> by High-Resolution Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy. *Physical Review B* 96(11): 115205.
- Wen, T., Li, J., Zhang, M., Jiao, C., Pei, S., Wang, Z. & Xia, J. 2022. Discerning the Vibrational Nature of ReS<sub>2</sub> Raman Modes Using Solid-Angle-Resolved Raman Spectroscopy. *Acs Photonics* 9(11): 3557-3562.
- Wen, W., Zhu, Y., Liu, X., Hsu, H. P., Fei, Z., Chen, Y., Wang, X., Zhang, M., Lin, K. H. & Huang, F. S. 2017. Anisotropic Spectroscopy and Electrical Properties of 2d ReS<sub>2</sub> (1-X) Se<sub>2x</sub> Alloys with Distorted 1t Structure. *Small* 13(12): 1603788.
- Wu, F., Tian, H., Shen, Y., Zhu, Z. Q., Liu, Y., Hirtz, T., Wu, R., Gou, G., Qiao, Y. & Yang, Y. 2022. High Thermal Conductivity 2d Materials: From Theory and Engineering to Applications. *Advanced Materials Interfaces* 9(21): 2200409.
- Wu, K., Chen, B., Yang, S., Wang, G., Kong, W., Cai, H., Aoki, T., Soignard, E., Marie, X. & Yano, A. 2016. Domain Architectures and Grain Boundaries in Chemical Vapor Deposited Highly Anisotropic ReS<sub>2</sub> Monolayer Films. *Nano letters* 16(9): 5888-5894.
- Xiong, Y., Chen, H., Zhang, D. W. & Zhou, P. 2019. Electronic and Optoelectronic Applications Based on ReS<sub>2</sub>. *physica status solidi –Rapid Research Letters* 13(6): 1800658.
- Xu, K., Deng, H.-X., Wang, Z., Huang, Y., Wang, F., Li, S.-S., Luo, J.-W. & He, J. 2015. Sulfur Vacancy Activated Field Effect Transistors Based on ReS<sub>2</sub> Nanosheets. *Nanoscale* 7(38): 15757-15762.
- Xu, X., Guo, Y., Zhao, Q., Si, K., Zhou, Y., Ma, J., Bai, J. & Xu, X. 2018. Green and Efficient Exfoliation of ReS<sub>2</sub> and Its Photoelectric Response Based on Electrophoretic Deposited Photoelectrodes. *Materials and Design* 159(11-19).
- Yang, Z. & Hao, J. 2016. Progress in Pulsed Laser Deposited Two-Dimensional Layered Materials for Device Applications. *Journal of Materials Chemistry C* 4(38): 8859-8878.
- Yu, J., Han, W., Suleiman, A. A., Han, S., Miao, N. & Ling, F. C. C. 2024. Recent Advances on Pulsed Laser Deposition of Large-Scale Thin Films. *Small Methods* 8(7): 2301282.
- Zhang, E., Jin, Y., Yuan, X., Wang, W., Zhang, C., Tang, L., Liu, S., Zhou, P., Hu, W. & Xiu, F. 2015. ReS<sub>2</sub>-Based Field-Effect Transistors and Photodetectors. *Advanced Functional Materials* 25(26): 4076-4082.

- Zhang, Y., Tan, Y.-W., Stormer, H. L. & Kim, P. 2005. Experimental Observation of the Quantum Hall Effect and Berry's Phase in Graphene. *nature* 438(7065): 201-204.
- Zhang, Z., Liu, Y., Yang, Y. & Yakobson, B. I. 2016. Growth Mechanism and Morphology of Hexagonal Boron Nitride. *Nano letters* 16(2): 1398-1403.
- Zhao, Y., Li, J., Huang, J., Feng, L., Cao, L., Feng, Y., Zhang, Z., Xie, Y. & Wang, H. 2020. Controlled Growth of Edge-Enriched ReS<sub>2</sub> Nanoflowers on Carbon Cloth Using Chemical Vapor Deposition for Hydrogen Evolution. *Advanced Materials Interfaces* 7(22): 2001196.



**LAMPIRAN A**  
**SENARAI PENERBITAN**

**Jurnal/Prosiding**

1. **Ruslan, M.F.M.**, Johari, M.H., Hinayadullah, S.A., Wang, R.Y., Tsai, M.L., Ahmad, M.F., Susthitha Menon, P. and Mohmad, A.R., 2025. Effects of substrate temperature and precursor separation on the morphology of ReS<sub>2</sub> nanoflakes prepared by chemical vapor deposition. *Nanotechnology*, 36(28), p.285603.
2. Hinayadullah, S.A., Johari, M. H., **Ruslan, M. F. M.**, Fatmasari, M., Umar, A. A. & Mohmad, A. R. J. S. M. 2025. Synthesis and Growth Mechanism of NbS<sub>2</sub> Flakes Produced Via Halide Salt-Assisted Chemical Vapor Deposition. *Sains Malaysiana*, 54(4): 1159-1166.
3. **Ruslan, M.F.M.**, Johari, M. H., Hinayadullah, S. A., Menon, P. S. & Mohmad, A. R. 2024. Effects of Growth Parameters on the Morphology of Res 2 Nanoflakes Prepared by Chemical Vapor Deposition. 2024 IEEE International Conference on Semiconductor Electronics (ICSE), hlm. 100-103