

Pengaruh Variasi Rapat Arus pada Pembentukan Silikon Berpori di atas Permukaan Si (111) Tipe-P dengan Metode Anodisasi Elektrokimia

Sehati, Siti Wijayanti, Kusumandari, dan Risa Suryana[✉]

Program Studi Ilmu Fisika, Pascasarjana, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret, Jl. Ir. Sutami No.36 A Kuntingan, Surakarta 57126, Indonesia

Info Artikel

Sejarah Artikel:

Diterima:
10 Januari 2021

Disetujui:
14 Juni 2021

Dipublikasikan:
23 Juni 2021

Keywords:
Si(111), p-type,
electrochemical
anodization,
reflectance, AFM

ABSTRAK

Silikon berpori (PSi) telah terbentuk di atas substrat Si (111) tipe-p menggunakan metode anodisasi elektrokimia. Permukaan silikon dianodisasi dalam larutan HF (40%) dan Etanol (96%) dengan perbandingan 1:1 pada rapat arus 70 mA/cm², 80 mA/cm², dan 90 mA/cm² selama 6 menit. Plat platina sebagai katoda sedangkan silikon sebagai anoda dengan jarak 5 cm. Reflektansi PSi dikarakterisasi dengan Spektroskopi UV-Vis dan morfologi permukaan PSi dikarakterisasi dengan AFM. Kedalaman, lebar, dan kekasaran PSi meningkat dengan bertambahnya rapat arus. Hasil pengukuran pori menunjukkan nilai lebar pori (μm) lebih besar dari nilai kedalaman pori (nm). Hasil tersebut memperlihatkan bahwa proses *etching* arah horizontal lebih cepat dari arah vertikal. Pori yang terbentuk pada PSi diklasifikasikan jenis makropori karena lebar porinya berukuran (>50nm). Reflektansi PSi menurun dengan meningkatnya rapat arus. Osilasi reflektansi terjadi pada lapisan PSi karena adanya foton yang dipantulkan dengan sudut yang berbeda karena adanya perbedaan kedalaman pori yang terbentuk. Hasil karakterisasi AFM dan hasil karakterisasi reflektansi menunjukkan permukaan PSi yang terbentuk tidak homogen. Lapisan PSi yang terbentuk memiliki potensi sebagai lapisan *anti-reflective*.

ABSTRACT

Porous silicon (PSi) has been formed on p-type Si (111) substrates using the electrochemical anodization method. Silicon surfaces were anodized in HF (40%) dan Ethanol (96%) solution with a ratio of 1:1 at a current density of 70 mA/cm², 80 mA/cm², and 90 mA/cm² for 6 min. Platinum foil was as a cathode while silicon was as an anode with a distance of 5 cm. UV-Vis Spectroscopy characterized the reflectance of PSi, and the surface morphology of PSi was characterized by AFM. The depth, width, and roughness of the PSi increase with increasing current density. The pore measurement results showed that the pore width (μm) value was more significant than the pore depth (nm) value. The pore measurement results show that the etching process in the horizontal direction is faster than in the vertical direction. The pores formed in PSi are classified as macropores because of the size of the pores (> 50nm). The reflectance PSi decreases with increasing current density. The reflectance oscillation occurs in the PSi layer due to photons reflected at different angles due to differences in the depth of the pores formed. The results of AFM characterization and reflectance characterization results showed that the PSi surface formed was not homogeneous. The PSi layer formed has the potential as an anti-reflective layer.

[✉] Alamat korespondensi:
Program Studi Ilmu Fisika, Pascasarja, Universitas Sebelas Maret
E-mail: rsuryana@staff.uns.ac.id

PENDAHULUAN

Bahan silikon (Si) merupakan salah satu bahan yang melimpah dan mudah ditemukan keberadaannya di alam. Si memiliki energi celah pita (E_g) sebesar 1,12 eV (Calvin, 2009). Silikon sering digunakan sebagai piranti elektronika seperti *Integrated Circuit* (IC). Penelitian silikon terus menerus meningkat sepanjang tahun. Saat ini pemanfaatan silikon berkembang hingga pada ukuran nano. Salah satu penelitian silikon dalam ukuran nano adalah pembuatan *porous silicon* atau silikon berpori (PSi).

PSi adalah silikon yang memiliki struktur nano atau mikro (Manoj dkk., 2013). PSi adalah bahan yang dibuat dengan berbagai proses *etching* kimia dan elektrokimia dalam larutan asam hidrofluorat (HF) (Yaseen & Yissen, 2016). PSi pertama kali ditemukan oleh Uhlir pada tahun 1956 yang melakukan proses elektropolisasi silikon dalam larutan HF yang berbasis di *Bell Labs*. Canham melakukan penelitian tentang silikon dan menemukan hasil bahwa silikon dapat memancarkan cahaya dalam kisaran yang dapat dilihat pada suhu kamar sehingga menjadi dasar sebagai perkembangan penelitian sampai sekarang (Manoj dkk., 2013).

PSi terdiri dari jaringan silikon berukuran nano dan rongga yang terbentuk ketika wafer silikon kristalin mengalami proses *etching* elektrokimia dalam larutan elektrolit berbasis asam hidrofluorik dalam kondisi anodisasi yang konstan seperti waktu *etching*, kerapatan arus, konsentrasi HF, dan orientasi Si. Elektrokimia merupakan metode yang mudah untuk membentuk silikon berpori yang menggunakan katoda berupa emas dan anoda berupa wafer silikon yang direndam dalam elektrolit HF dengan sumber arus konstan yang nantinya akan menghasilkan lapisan porositas yang lebih homogen (Kadhim dkk., 2015). Proses anodisasi elektrokimia dimulai dengan adanya reaksi antara silikon dan larutan HF sehingga mengakibatkan putusnya ion membuat terjadinya transfer antara *hole* dan elektron. Ion-ion ini akan terus bergerak untuk memutuskan ikatan Si – O, Si – F, dan Si – H selama proses anodisasi berlangsung (Burham dkk., 2017). Metode anodisasi elektrokimia digunakan karena murah, mudah, tidak memerlukan peralatan yang rumit, dan tidak terbatas pada satu jenis penggunaan wafer Si (Azurahaman dkk., 2019).

Proses pembentukan PSi dengan anodisasi elektrokimia dipengaruhi oleh parameter seperti waktu *etching*, rapat arus, konsentrasi HF dan orientasi Si (Nayef & Muayad, 2013). Sifat fisika silikon berpori ditentukan oleh diameter, ketebalan dan rongga pori (Abid dkk., 2019). Distribusi porositas, ketebalan dan ukuran pori dapat dikontrol dengan mengubah konsentrasi asam fluorida, rapat arus, panjang anodisasi, luas pori dan waktu *etching* pada proses *etching* elektrokimia dalam pembuatan PSi (Bahar dkk., 2017). Ukuran diameter pori diklasifikasikan menjadi 3 jenis mikropori (<2 nm), mesopori (2 – 50 nm), atau pori makro (>50 nm) (Urata dkk., 2012).

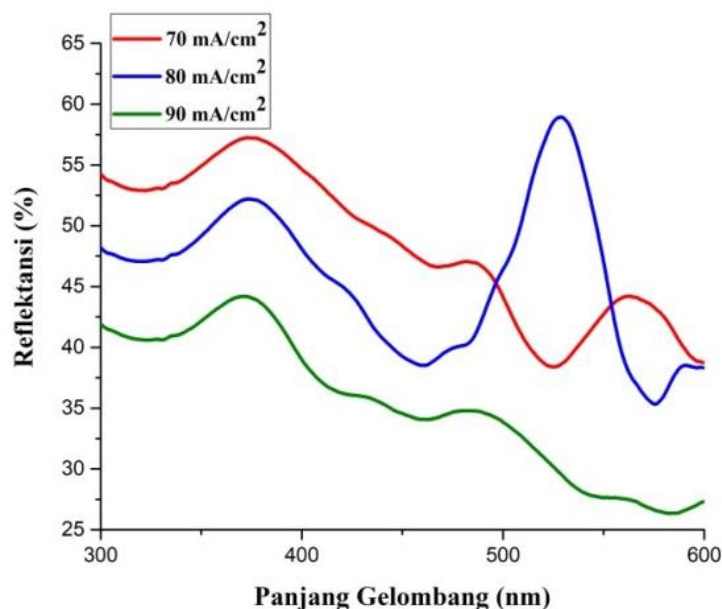
Modifikasi permukaan silikon telah banyak dilakukan seperti modifikasi dalam bentuk *wire*, *rod*, *fiber*, dan *pore*. Penelitian ini bertujuan untuk memodifikasi permukaan silikon dalam bentuk *pore* dengan bahan dasar wafer silikon (Si) tipe p dengan orientasi (111). Pada penelitian ini akan dibahas pengaruh variasi rapat arus terhadap pembentukan PSi pada permukaan Si (111) tipe-p dengan menggunakan metode anodisasi elektrokimia. Modifikasi permukaan silikon menggunakan tipe-p dilakukan karena masih terbatasnya peneliti yang melakukan pembuatan PSi tipe-p. Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai tolak ukur pembandingan terhadap penelitian lain. Arah aplikasi hasil PSi yang terbentuk adalah sebagai lapisan *anti-reflective*.

METODE

Silikon berpori (PSi) dibentuk di atas substrat silikon tipe-p Si (111) yang memiliki resistivitas $<0,05 \Omega \cdot \text{cm}$ dan berukuran $1 \times 1,5 \text{ cm}$. Substrat dicuci pada larutan $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2:\text{Akuades}$ (1:1:5) selama 5 menit di atas *hotplate* pada suhu 80°C untuk menghilangkan molekul organik. Sampel kemudian dialiri akuades selama 3 menit. Selanjutnya, sampel direndam di dalam larutan HF dan akuades (1:30) selama 15 detik. Sampel dialiri akuades kembali selama 3 menit. Substrat disemprot gas N_2 sampai kering. Permukaan silikon dianodisasi dalam larutan HF (40%) dan Etanol (96%) (1:1) pada rapat arus 70, 80, dan 90 mA/cm^2 selama 6 menit. Plat platina sebagai katoda sedangkan silikon sebagai anoda pada jarak 5 cm. PSi dimasukkan sebentar ke dalam akuades lalu dikeringkan menggunakan gas N_2 . PSi kemudian dikarakterisasi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis untuk mendapatkan nilai reflektansi. Alat yang digunakan adalah DH-mini UV-VIS-NIR sebagai *light source* atau sumber cahaya dan USB4000 *Miniature Spectrometer* dengan software *Ocean Optics*. PSi juga dikarakterisasi menggunakan alat AFM XE-70 *Park System* untuk mendapatkan morfologi permukaan PSi. Dari citra AFM dapat ditentukan kedalaman, lebar dan kekasaran PSi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

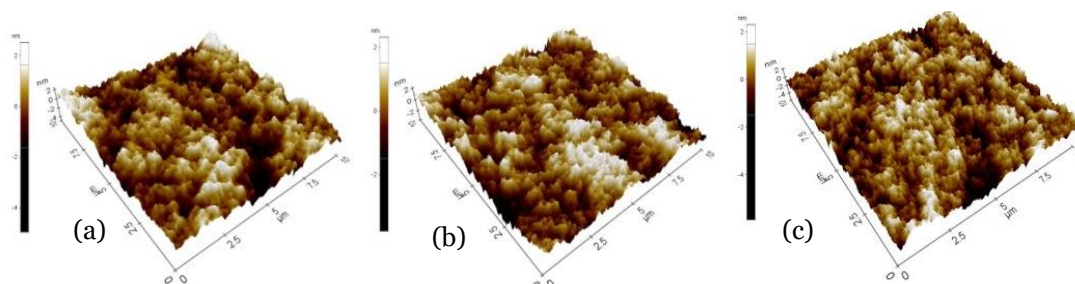
Kurva reflektansi PSi dengan Spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang 300 – 600 nm ditunjukkan pada Gambar 1. Pengambilan titik uji permukaan PSi dipilih secara acak dan dilakukan dalam kondisi ruang yang gelap. Setiap variasi rapat arus memberikan hasil yang berbeda. Reflektansi PSi menurun dengan meningkatnya rapat arus. Penurunan nilai reflektansi ini dapat digunakan untuk meningkatkan nilai penangkapan cahaya sehingga sangat baik digunakan untuk peningkatan efisiensi pada sel surya (Youssef dkk.,2015).



Gambar 1. Hubungan panjang gelombang dan reflektansi lapisan PSi untuk rapat arus 70 mA/cm^2 (merah), 80 mA/cm^2 (biru), 90 mA/cm^2 (hijau).

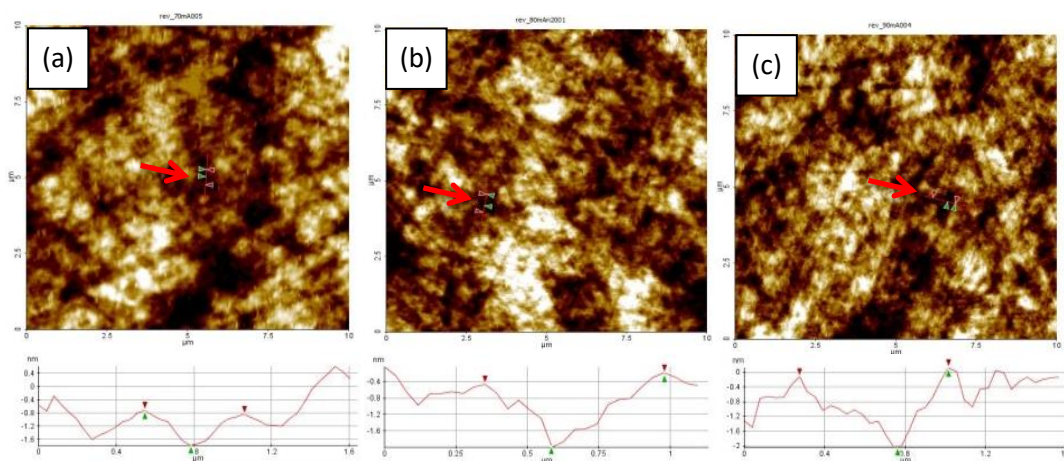
Pada panjang gelombang 300 – 370 nm nilai reflektansi meningkat, puncak reflektansi pada panjang gelombang sekitar 370 nm, sedangkan pada panjang gelombang 370 – 600 nm nilai reflektansi mulai menurun. Kurva memperlihatkan terjadinya osilasi reflektansi pada PSi untuk

panjang gelombang 450 – 600 nm, terutama pada rapat arus 80 mA/cm². Osilasi reflektansi pada PSi terjadi karena ada foton yang dipantulkan dengan sudut yang berbeda karena perbedaan kedalaman pori yang terbentuk (Abid *et al.*, 2019). Osilasi yang teratur yang muncul pada intensitas reflektansi menunjukkan permukaan PSi yang terbentuk lebih homogen (Kumar & Dubay, 2016). Nilai reflektansi yang tidak beresolusi menunjukkan adanya kepadatan pori yang tinggi yang terbentuk pada permukaan PSi (Lopez dkk., 2016). Perbedaan kedalaman pori menunjukkan pori yang terbentuk di permukaan silikon tidak homogen (Handayani dkk., 2019).



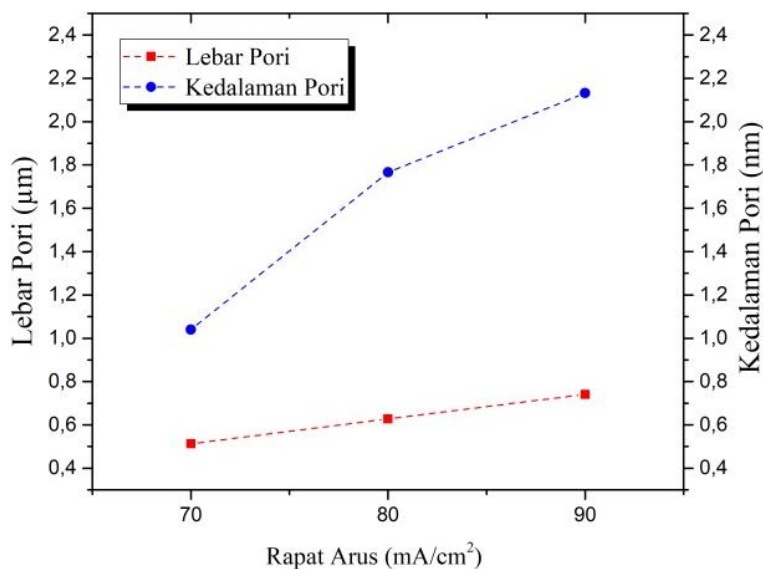
Gambar 2. Tiga dimensi (3D) AFM dari pori silikon dengan variasi rapat arus (a). 70 mA/cm², (b). 80 mA/cm², (c). 90 mA/cm² selama 6 menit

Gambar 2 menunjukkan bentuk 3D AFM dari permukaan pori silikon dengan perbedaan rapat arus yang diambil pada luasan 10 μm x 10 μm. Pori yang terbentuk ditunjukkan dengan bentuk permukaan silikon yang tidak rata. Pori yang terbentuk terlihat memiliki lebar dan kedalaman yang berbeda. Perbedaan kedalaman pori dapat dilihat dari perbedaan warna yang terlihat pada gambar AFM dengan warna coklat tua (<0 nm), kuning (0 – 1 nm), dan putih >1 nm). Perbedaan warna juga menunjukkan bahwa pori yang terbentuk di permukaan substrat Si tidak homogen dan bentuk yang tidak teratur disebabkan oleh arus yang tidak stabil selama proses anodisasi elektrokimia (Suryana dkk., 2018). Gambar AFM menunjukkan nilai kekasaran permukaan PSi meningkat seiring dengan meningkatnya rapat arus (Kulathuraan dkk., 2016).



Gambar 3. Target pori silikon (tanda panah merah) yang diukur lebar dan kedalaman porinya melalui profil garis (kurva di bawah gambar AFM) untuk variasi rapat arus pada (a). 70 mA/cm², (b). 80 mA/cm², dan (c) 90 mA/cm²

Hasil karakterisasi permukaan silikon berpori menggunakan AFM pada 70, 80, dan 90 mA/cm² ditunjukkan oleh Gambar 3. Area acak dari pengukuran ukuran pori ditunjukkan oleh panah berwarna merah. Profil garis untuk mengukur lebar dan kedalaman pori ditunjukkan oleh kurva di bagian bawah setiap gambar AFM. Hasil gambar AFM menunjukkan pori yang terbentuk pada permukaan silikon tidak homogen.

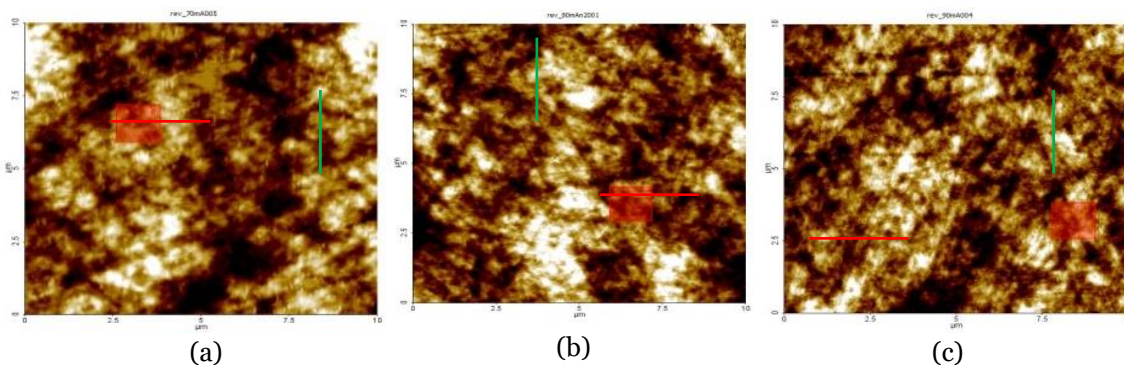


Gambar 4. Lebar dan kedalaman pori pada perbedaan rapat arus

Gambar 4 menunjukkan perbandingan kedalaman dan lebar PSi pada rapat arus 70, 80, dan 90 mA/cm² yang didapatkan dari profil garis pada Gambar 3. Proses *etching* oleh larutan HF pada permukaan Si tipe-p lebih cepat terjadi dari pada permukaan Si tipe-n karena Si tipe-p memiliki lebih banyak *hole* (Rahmouni dkk., 2017). Pembentukan pori secara acak baik arah vertikal maupun horizontal sulit dikendalikan karena proses anodisasi pada masing-masing rapat arus. Hasil pengukuran pori menunjukkan nilai lebar pori (µm) lebih besar dari nilai kedalaman pori (nm). Hasil pengukuran pori memperlihatkan bahwa proses *etching* arah horizontal lebih cepat dari arah vertikal. Percabangan pori arah horizontal terjadi pada proses anodisasi elektrokimia. Kedalaman dan lebar pori pada PSi meningkat seiring meningkatnya rapat arus dan waktu *etching*.

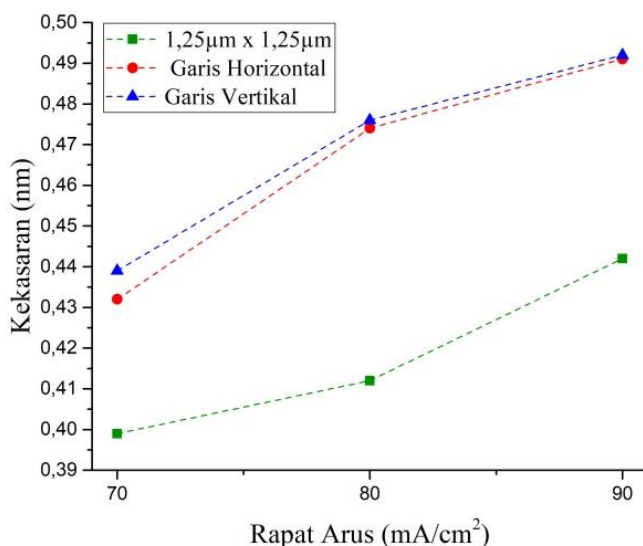
Mekanisme penggunaan *doping* pada substrat Si yang digunakan sangat mempengaruhi struktur pori yang akan terbentuk pada proses anodisasi elektrokimia. Silikon tipe-p yang di *doping* boron menghasilkan struktur pori yang tidak rata (Burham dkk., 2017). Pada PSi tipe-p memiliki ukuran diameter pori yang lebih kecil dari PSi tipe-n (Harraz, 2014). Pori yang terukur nilai kedalaman dan lebarnya tidak sama dikarenakan sebaran dan distribusi pori yang tidak homogen pada permukaan PSi. Ukuran lebar pori yang terukur pada PSi menunjukkan bahwa pori yang terbentuk diklasifikasikan jenis makropori karena berukuran (>50nm) (Urata dkk., 2012).

Rapat arus sebanding dengan ukuran pori. Proses *etching* pada rapat arus tinggi menghasilkan banyak lubang pada permukaan silikon sehingga ion F⁻ akan lebih efektif menyerang ikatan Si-H membentuk ikatan Si-F yang terjadi pada lapisan batas antara larutan HF dan permukaan silikon hingga membentuk lapisan PSi yang memiliki nilai kedalaman dan diameter lebih besar. Proses pelarutan silikon yang terjadi pada larutan HF akan menghasilkan permukaan yang halus. Proses *etching* akan terbatas pada penggunaan rapat arus rendah yang menghasilkan jumlah ion F⁻ yang lebih tinggi daripada *hole* (Burham dkk., 2017).



Gambar 5. Pengukuran kekasaran pori silikon pada luasan $1,25 \mu\text{m} \times 1,25 \mu\text{m}$ (kotak merah) dan garis $2,5 \mu\text{m}$ (merah dan hijau) untuk variasi arus (a). 70 mA/cm^2 , (b). 80 mA/cm^2 , dan (c) 90 mA/cm^2

Gambar 5 menunjukkan citra AFM untuk menentukan nilai kekasaran PSi pada area $1,25 \mu\text{m} \times 1,25 \mu\text{m}$ dan pada garis horizontal (merah) dan vertikal (hijau) sepanjang $2,5 \mu\text{m}$. Area yang diambil untuk menentukan kekasaran PSi ditentukan secara acak. Gambar 6 menunjukkan hubungan antara kekasaran PSi dan rapat arus. Berdasarkan Gambar 6, kekasaran PSi meningkat dengan meningkatnya rapat arus. Peningkatan kekasaran dari hasil PSi menunjukkan adanya pembentukan pori yang lebih baik (Kulathuraan dkk., 2016). Hasil pengukuran kekasaran pada area $1,25 \mu\text{m} \times 1,25 \mu\text{m}$ bernilai rendah karena dalam proses pengambilannya area dipilih untuk area yang memiliki tingkat kedalaman yang dapat dilihat pada gambar AFM yang berwarna coklat tua, kuning, dan putih yang seimbang. Nilai kekasaran permukaan PSi yang bernilai besar menunjukkan adanya distribusi keseragaman pori yang terbentuk pada permukaan PSi yang kecil (He dkk., 2020). Nilai kekasaran pada permukaan PSi dengan ukuran nano dapat digunakan sebagai *anti-reflective* yang baik (Megouda dkk., 2016).



Gambar 6. Kekasaran dari pori silikon pada perbedaan rapat arus

SIMPULAN

PSi yang terbentuk di atas permukaan Si (111) bertipe-p dengan metode anodisasi elektrokimia pada variasi rapat arus tidak homogen. Reflektansi PSi menurun dengan meningkatnya rapat arus. Nilai reflektansi mulai meningkat pada panjang gelombang 300 – 370 nm, mulai menurun setelah panjang gelombang 370 dan pada panjang gelombang 450 – 600 nm terjadi osilasi reflektansi pada PSi. Kedalaman dan lebar pori yang terbentuk pada permukaan PSi meningkat seiring dengan meningkatnya rapat arus. Ukuran lebar pori (μm) lebih besar dari kedalaman pori (nm). Hal ini menunjukkan kecepatan *etching* arah horizontal lebih cepat dari arah vertikal. Semakin besar rapat arus mengakibatkan semakin banyak *hole* yang terbentuk pada permukaan Si yang mengakibatkan banyak terbentuk pori sehingga kedalaman dan lebar pori akan semakin meningkat. Kekasaran PSi akan meningkat seiring meningkatnya rapat arus. Kekasaran yang meningkat menunjukkan adanya pembentukan pori pada permukaan silikon yang lebih baik. Nilai kekasaran pada permukaan PSi dengan ukuran nano dapat digunakan sebagai *anti-reflective* yang baik.

REFERENSI

- Abid, H. N., Nayef, U. M., & Mutlak, F. A. H. (2019). Preparation and characterization Co_3O_4 nanoparticles on porous silicon for humidity sensor by photoluminescence. *International Journal for Light and Electron Optics*, 178, 379–383.
- Azurahanim, C., Abdullah, C., Fazierra, D., Razak, A., Yunus, M. B., & Zaki, M. (2019). Structural and optical properties of N-type and P-type porous silicon produced at different etching time structural and optical properties of n-type and p-type porous silicon produced at different etching time. *International Journal of Electroactive Materials*, 7, 28–37.
- Bahar, M., Eskandari, H., & Shaban, N. (2017). Electrical properties of porous silicon for n_2 gas sensor. *Journal of Theoretical and Computational Science*, 4(1), 2–7.
- Burham, N., Hamzah A. A., & Majlis, B. Y. (2017). Self-adjusting electrochemical etching technique for producing nanoporous silicon membrane. In *New Research on Silicon-Structure, Properties, Technology*, 125–154.
- Calvin, C. Hu. (2009). *Modern semiconductor devices for integrated circuits*. First Edition. Prentice Hall.
- Handayani, M., Pratiwi, D., & Suryana, R. (2019). Optical absorbance of porous on n-type si (111) surfaces fabricated by electrochemical anodization method. *Materials Today: Proceedings*, 13, 87–91.
- Harraz, F. A. (2014). Porous silicon chemical sensors and biosensors: A review. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 202, 897–912.
- He, L., Wang, Y., He, X., Li, J., He, Q., & Wei, D. (2020). The combined effects of anodization parameters on morphological of the porous silicon and the ballistic electron emission of PS-based emitter. *Vacuum*, 171, 1–10.
- Kadhim, R. G., Ismail, R. A., & Abdulridha, W. M. (2015). Structural and optical properties of porous silicon prepared by electrochemical etching. *International Journal of Thin Film Science and Technology*, 4(3), 199–203.
- Kulathuraan, K., Mohanraj, K., & Natarajan, B. (2016). Structural, optical and electrical characterization of nanostructured porous silicon: Effect of current density. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 152, 51–57.
- Kumar, P. S., & Dubey, R. S. 2016. Experimental Study of electrochemically prepared porous silicon as anti-reflective material in solar cells. *International Research Journal of Engineering and Technology*, 3(12), 478–481.

- Lopez, L. P., Faustino, M. A. B., Saplagio, N. G. E., Mabilangan, A. I., Cabello, N. I. F., Gonzales, R. O. M., Salvador A. A., & Somintac, A. S. (2016). structural and optical characterization of electrochemically etched porous silicon. *Philippine Journal of Science*, 145(1), 9–15.
- Manoj, K. C., Dubey, M., Bills, B., Al-Qaradawi, I. Y., Lamsal, B. S., Galipeau, D., & Fan, Q. H. (2013). Aqueous electrolyte system for porous silicon using electrochemical anodization. *IEEE International Conference on Electro Information Technology*, (May), 1–5.
- Megouda, N., Hadjersi, T., Coffinier, Y., Szunerits, S., & Boukherroub, R. (2016). Investigation of morphology, reflectance and photocatalytic activity of nanostructured silicon surfaces. *Microelectronic Engineering*, 159, 94–101.
- Nayef, U. M., & Muayad, M. W. (2013). Typical of Morphological Properties of Porous Silicon. *International Journal of Basic & Applied Sciences IJBAS-IJENS*, 13(2), 15–17.
- Rahmouni, S., Zighed, L., Tifouti, I., Hadnine, S., & Aida, M. S. (2017). Experimental study of porous silicon films prepared on N and P type monocrystalline silicon wafers. *Optoelectronics and Advanced Materials, Rapid Communications*, 1(1–2), 105–108.
- Suryana, R., Sandi, D. K., & Nakatsuka, O. (2018). The morphological study of porous silicon formed by electrochemical anodization method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 333(1), 1–4.
- Urata, T., Fukami, K., Sakka, T., & Ogata, Y. H. (2012). Pore formation in p-type silicon in solutions containing different types of alcohol. *Nanoscale Research Letters*, 7, 1–5.
- Yaseen, Z. A., & Yiseen, G. A. (2016). Morphology of porous silicon nanostructures in p-type silicon based on novel comparison between two electrochemical cells design. *International Journal of Electrochemical Science*, 11(3), 2473–2485.
- Youssef, G. M., El-Nahass, M. M., El-Zaiat, S. Y., & Farag, M. A. (2015). Effect of porosity on the electrical and photoelectrical properties of textured n⁺ p silicon solar cells. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 39, 457–466.