

# VARIASI PARAMETER *CHEMICAL ETCHING* NaOH PADA SAMPEL INGOT SILIKON POLIKRISTAL TERHADAP PERMUKAAN MIKROSTRUKTUR

Retna Deca Pravitasari<sup>\*)</sup>, Rina Dewi Mayasari, Winda Rianti, Dwi Gustiono

Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT)  
Pusat Teknologi Material, Gedung 224 Kawasan Puspiptek  
Tangerang Selatan – Banten 15314

<sup>\*)</sup> Email: retna.deca@bppt.go.id

## Abstrak

Preparasi sampel merupakan tahapan awal yang perlu dilakukan untuk proses karakterisasi morfologi ingot silicon polikristal. Salah satu tahapan proses preparasi yaitu proses *chemical etching* yang bertujuan untuk mengkorosikan permukaan sampel dengan mengikis batas butir sehingga dapat dilihat strukturmikronya seperti fasa, batas butir, dan dislokasi. Jenis-jenis *chemical etsa* yang dapat digunakan untuk karakterisasi struktur mikro dari ingot silikon polikristal diantaranya dapat menggunakan larutan HF, NaOH, secco, ataupun sopori. Berdasarkan literatur, untuk melakukan karakterisasi permukaan struktur mikro dapat menggunakan larutan NaOH. Penelitian ini mengkaji tentang pengamatan struktur mikro yang dipengaruhi oleh variasi parameter larutan NaOH sebagai bahan etsa. Variasi yang digunakan adalah konsentrasi larutan sebanyak 20% dan 10%, waktu proses etsa selama 1, 2, dan 3 menit. Tiap variasinya dilakukan proses etsa sebanyak dua kali dengan posisi sampel ingot secara vertical dan horizontal. Hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan bahwa dengan jumlah konsentrasi yang tinggi, maka waktu etsa akan semakin pendek. Variasi optimasi untuk menghasilkan struktur mikro yang terbaik yaitu dengan variasi konsentrasi larutan NaOH sebanyak 20%, waktu etsa selama 2 menit, dan posisi sampel ingot secara horizontal.

**Keywords:** *Microstructure, Ingot, Polycrystalline, Silicon, Etching, NaOH.*

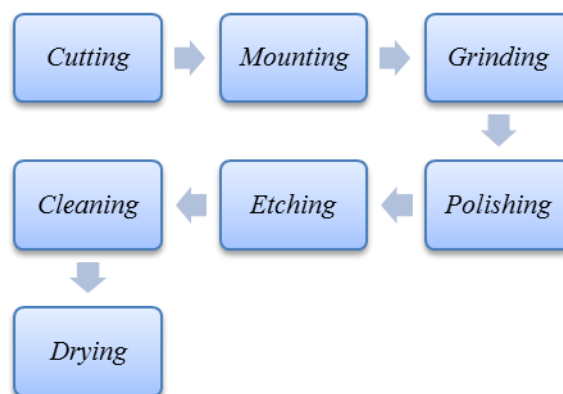
## 1. Pendahuluan

Metalografi adalah suatu ilmu material yang mempelajari tentang struktur mikro atau makro secara optik atau mikroskop elektron [1]. Mikrostruktur atau makrostruktur yang diperoleh melalui proses metalografi akan memperlihatkan struktur material tersebut untuk mengetahui sifat fisik dan mekanik dari material yang diuji. Beberapa struktur yang dapat diperoleh yaitu ukuran dan bentuk butir, fasa, kehomogenan kimia yang digunakan sebagai larutan etsa, distribusi fasa, struktur elongasi, dan cacat-cacat yang ada pada material tersebut seperti dislokasi [1].

Untuk dapat mengamati struktur mikro pada suatu material dengan menggunakan mikroskop optik, seperti batas dan arah butir, maka sampel harus melalui tahapan preparasi yang ditunjukkan oleh Gambar 1. Proses *mounting* hanya dilakukan pada sampel uji yang berukuran kecil (kurang dari 20×20×3 mm) sehingga memudahkan sampel untuk di-*grinding* dan *polishing*. Proses *grinding-polishing* terdiri dari beberapa tahapan, dimulai dari penggunaan ampelas dari *grade* yang kasar hingga yang halus dan kemudian dilanjutkan dengan proses *polishing* untuk mendapatkan permukaan sampel uji yang rata dan *mirrorlike* [2].

Struktur mikro yang dimunculkan ketika diamati dengan mikroskop optik harus melalui tahapan etsa

dan terjadi proses *surface treatment*, yaitu mengkorosikan permukaan sampel akibat dari reaktifitas kimia pada butir-butir yang bergantung dengan orientasi kristalografi. Karena itu, untuk spesimen bersifat polikristalin memiliki karakterisasi *etching* yang bervariasi dari setiap butirnya [2].



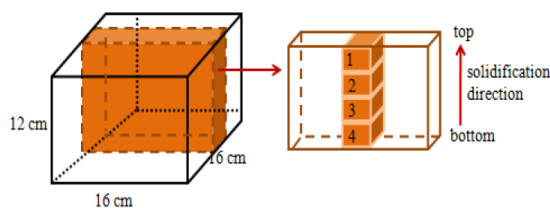
**Gambar 1.** Tahapan proses preparasi sampel

Bahan-bahan kimia yang dapat digunakan untuk proses etsa ada beberapa jenis. Pemilihan jenis larutan kimia tersebut berdasarkan material sampel yang akan diuji dan sifat yang ingin dihasilkan. Pada sampel ingot silikon polikristal, beberapa larutan kimia yang dapat digunakan untuk proses etsa diantaranya larutan

sopori etch untuk mengamati *dislocation etch pits* [3], larutan asam florida (HF) untuk mengetahui efek dari proses pemotongan sampel, larutan natrium hidroksida (NaOH) untuk melihat struktur butir, larutan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) dan HF untuk analisa konsentrasi massa dari elemen-elemen yang terkandung pada sampel [4], larutan *secco* untuk menggambarkan cacat kristal pada permukaan wafer silikon sehingga dapat terlihat jelas perbedaan antara dislokasi garis, *pits dislocation*, batas butir, dan *twin boundary* [5]. Penelitian ini mengamati struktur mikro pada permukaan ingot silikon polikristal dengan variasi parameter proses etsa dengan menggunakan larutan NaOH

## 2. Metode Penelitian

Penelitian metalografi kali ini dilakukan untuk mengetahui tahapan paling optimum proses etsa pada ingot silikon polikristal yang diperoleh melalui metode *directional solidification system* (DSS). Tahapan pertama proses metalografi yaitu proses pemotongan ingot silikon polikristal yang berukuran 16x16x12 cm menjadi 30x20x5 mm menggunakan *wire sawing* yang terlihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Skema pemotongan ingot silikon polikristal [6]

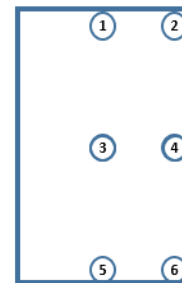
Jenis variasi untuk memperoleh tahapan optimum pada proses etsa yaitu perbedaan jumlah konsentrasi larutan NaOH sebagai larutan etsa sebesar 10% dan 20%, waktu dilakukannya proses etsa selama 1,2, dan 3 menit, serta posisi sampel ketika dilakukan proses etsa yaitu posisi vertikal dan horisontal. Seluruh perlakuan etsa dilakukan pada suhu 90°C.

Tahapan selanjutnya yaitu *grinding* dan *polishing* menggunakan mesin semi-otomatis Stuers. Tahapan proses *grinding* dan *polishing* terlihat pada tabel 1. Untuk proses etsa, digunakan larutan NaOH dengan perbandingan berat gram yang terlihat pada tabel 2.

Sampel yang diperoleh dari proses etsa kemudian dilakukan pengamatan struktur mikro menggunakan mikroskop polarisasi Meiji Techno Tipe MT 9000 dengan perbesaran 4x, 10x, dan 40x. Perbesaran tersebut mewakili 1000x dalam hal sebenarnya. Pengamatan mikrostruktur menggunakan mikroskop polarisasi dilakukan sebanyak enam titik (gambar 3) untuk melihat perbedaan struktur mikro yang juga dipengaruhi oleh proses solidifikasi pada pembuatan ingot silikon polikristal.

**Tabel 2.** Perbandingan komposisi massa larutan etsa NaOH

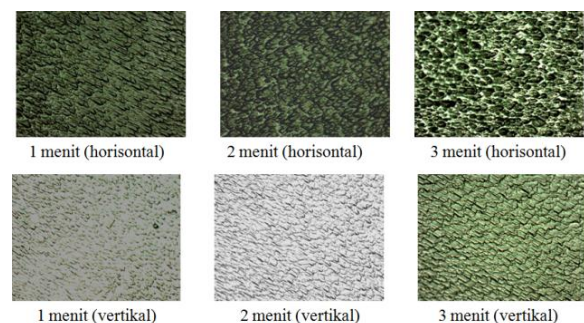
Konsentrasi berat (%)	Massa NaOH (gram)	Massa Aquades (gram)
10	10	60
20	12,5	50



**Gambar 3.** Titik pengambilan gambar mikrostruktur dengan mikroskop polarisasi.

## 3. Hasil dan Pembahasan

Sampel ingot silikon telah dilakukan proses etsa dengan waktu 1, 2, dan 3 menit dengan posisi vertikal dan horisontal pada konsentrasi 10% dan 20%. Gambar 4 menunjukkan struktur permukaan mikro dari ingot silikon yang telah dietsa dengan menggunakan larutan NaOH dengan konsentrasi 10% pada titik pengamatan di posisi 3. Hasil pengamatan menunjukkan posisi sampel pada saat dietsa dengan arah horisontal memberikan efek etsa yang lebih baik dibandingkan dengan arah vertikal. Sedangkan terhadap parameter waktu, permukaan sampel belum teretsa (*under etch*) ketika proses etsa berlangsung selama 1 dan 2 menit, akan tetapi, pada proses etsa selama 3 menit, permukaan ingot silikon tidak teretsa secara merata pada semua titik.

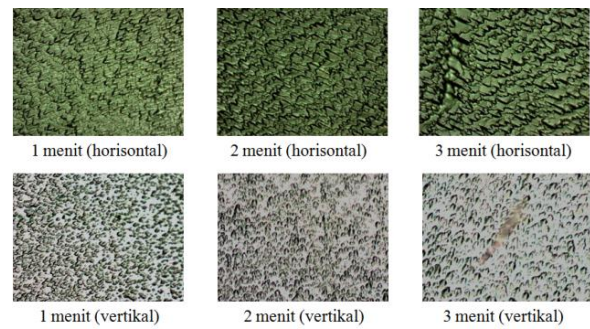


**Gambar 4.** Mikrostruktur yang diperoleh dari etsa larutan NaOH konsentrasi 10% pada posisi 3

Gambar 5 menunjukkan hasil pengamatan struktur mikro ingot silikon polikristal yang telah dietsa dengan menggunakan larutan NaOH dengan konsentrasi 20%. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa proses etsa diperoleh secara optimal dengan

waktu etsa selama 2 menit pada posisi horisontal. Pada saat sampel dietsa selama 1 menit, sampel belum teretsa semua permukaannya sehingga tidak terlihat struktur mikro secara keseluruhan (*under etch*). Sedangkan pada saat sampel dietsa selama 3 menit, beberapa butir ingot silikon terlihat sudah menyatu yang mengindikasikan bahwa sampel tersebut terlalu lama dietsa (*over etch*).

Perbedaan terlihat signifikan ketika sampel dietsa dengan posisi vertikal. Sampel yang dietsa selama 1, 2, dan 3 menit pada posisi vertikal terlihat permukaan ingot silikon polikristal secara keseluruhan masih *under etch*. Perbedaan hasil etsa terhadap variasi posisi tersebut dapat disebabkan oleh sampel ingot silikon yang diteliti merupakan polikristalin yang mana memiliki arah butir yang acak atau tidak searah.



**Gambar 5.** Mikrostruktur yang diperoleh dari etsa larutan NaOH konsentrasi 20% pada posisi 3

**Tabel 1.** Tahapan proses grinding dan polishing pada mesin semi-otomatis stuers

Jenis amplas	Kecepatan putaran	Tekan (N)	Lubricant	Suspension	Lama waktu	Arah putaran
SIC #320	300/150	25	Water	-	As needed	>>
MD-Largo	300/150	25	-	Diapro-Allegro/Largo	5mins	>>
MD-Dac	150/150	25	Water	-	4mins	>>
MD-Mol	150/150	25	-	Diapro -Mol	4.00mins	>>
MD-Chem	150/150	10	-	OP-S	45s	<<

#### 4. Kesimpulan

Kami telah melakukan penelitian metode etsa yang paling optimal untuk melihat struktur mikro dari ingot silikon polikristal yang diperoleh melalui proses directional solid system (DSS). Metode yang paling baik dengan penggunaan NaOH sebagai larutan etsa yaitu dengan konsentrasi larutan sebesar 20% dan waktu etsa selama 2 menit. Untuk posisi sampel ketika perlakuan etsa berlangsung tidak terlalu mempengaruhi hasil struktur mikro karena ingot yang digunakan bersifat polikristal sehingga arah butir tidak teratur.

#### Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada kegiatan DIPA BPPT "Inovasi dan Layanan Teknologi Material Energi untuk Daya Saing Industri" yang telah mendanai penelitian ini.

#### Daftar Acuan

[1] S. Venkannah, *Material Science Module*. University of Mauritius Faculty of Engineering Mechanical and Production Engineering Department Metallurgy Lab, (2004).

[2] William D. Callister, Jr. *Materials Science and Engineering an Introduction*. 6<sup>th</sup> edition, p.82-83.

[3] Amal Chabli. *Characterization Tutorial*, INES (2014).

[4] M.A. Martorano, J.B. Ferreira Neto, T.S. Oliveira, T.O. Tsubaki. Refining of Metallurgical Silicon by Directional Solidification. B 176 (2011), p.217-226.

[5] Xiaohui Tang, Laurent A. Francis. Longfei Gong, Fengzhen Wang, Jean-Pierre Raskin, Denis Flandre, Shuai Zhang, Da You, Liang Wu, Bing Dai. Characterization of high-efficiency Multi-crystalline Silicon in Industrial Production. 117 (2013), p.225-230

[6] Mayasari, R.D., Rianti, W., Pravitasari, R.D., Suhendra, N., Nuryadi, R., Agustanhakri., Deni, Y., and Gustiono, D., Grain Size Distribution Analysis of Multi-crystalline Si-Ingot Produced by Directional Solidification Technology. 14<sup>th</sup> International conference of Quality in Research of technical papers, Lombok (2015)

