

Kontrollü Silisyum Nano-İğnelerin Mikrofabrikasyonu

Ümit ÇELİK^{1*}

¹ Uçak Bakım Onarım Bölümü, Sivil Havacılık Yüksekokulu, Fırat Üniversitesi, Elazığ, Türkiye

*¹ u.celik@firat.edu.tr

(Geliş/Received: 08/12/2022;

Kabul/Accepted: 28/02/2023)

Öz: Nano iğnelerin üretimi, yüksek performanslı çok işlevli nano cihazların geliştirilmesinde artan endüstriyel taleplerden dolayı ilgi çekmektedir. Nano ölçekli uçlar kontrollü transdermal ilaç salımı, soğuk katot alan emisyonu, taramalı uç mikroskobu, yansıma önleyici kaplama ve nanoindentasyon uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Taramalı uç mikroskobu ailesinin bir üyesi olan Atomik kuvvet mikroskobu (AKM), 1980'lerden beri yüksek çözünürlüklü yüzey karakterizasyonu için yaygın olarak kullanılan güçlü bir araç haline gelmiştir. AKM sensörü, esnek bir kuvvet algılayıcı konsoldan ve serbest ucunda nano ölçekli nanotipten oluşmaktadır. Yüksek çözünürlüklü AKM için nano-iğnenin eğrilik yarıçapı önem taşımaktadır. Islak aşındırma teknikleri ile AKM tip mikrofabrikasyonu düşük maliyet, kolay erişim ve (100) kristal düzleminde homojen aşındırma oranı gibi avantajları bulunmaktadır. Bu çalışmada, litografi ve ıslak aşındırma gibi mikrofabrikasyon teknikleri kullanılarak silisyum nano uçlar üretilmiştir. Yüksek sivrilik ve en boy oranlı uçlara sahip olacak şekilde süreç optimize edilmiştir. Anizotropik ıslak aşındırma için Potasyum Hidroksit (KOH) ve Tetrametil Amonyum Hidroksit (TMAH) çözeltileri kullanılmıştır. Islak aşındırma işlemi için SiO₂ maske kullanılmıştır. Değişik geometrilere daha keskin nano iğneler elde edebilmek için litografi maske geometrisi ve açılarını optimize edilmiştir. Çalışma neticesinde yüksek en boy oranına sahip nano iğneler, kare piramit geometrilili ve asimetrik beşgen piramit geometrilili nano iğneler üretilmiştir.

Anahtar kelimeler: Mikrofabrikasyon, nano iğne, ıslak aşındırma

Microfabrication of Controlled Silicon Nanotips

Abstract: The manufacturing of nanotips attract attention due to the increasing industrial demands in the development of high-performance multifunctional nanodevices. Nanoscale tips are widely used in controlled transdermal drug release, cold cathode field emission, scanning tip microscopy, anti-reflective coating and nanoindentation applications. Atomic force microscopy (AFM), a member of the scanning tip microscope family, has since the 1980s become a widely used powerful tool for high-resolution surface characterization. The AFM sensor consists of a flexible force-sensing cantilever and a nanoscale nanotip at its free end. The radius of curvature of the nanotips is important for high resolution AFM. Nanotip microfabrication with wet etching techniques has advantages such as low cost, easy access and homogeneous etching rate in the (100) crystal plane. In this study, silicon nano tips were machined using microfabrication techniques such as lithography and wet etching. The process is optimized to have tips with high sharpness and aspect ratio. Potassium hydroxide (KOH) and tetramethyl ammonium hydroxide (TMAH) solutions were used for anisotropic wet etching. SiO₂ mask was used for wet etching process. In order to obtain sharper nano tips in different geometries, lithography mask geometry and angles are optimized. As a result of the study, nanotips with high aspect ratio, square pyramid geometry and asymmetric pentagonal pyramid geometry nanotip could be manufactured.

Key words: Microfabrication, nanotips, wet etching

1. Giriş

Nano ölçekli uçlar, yüksek verimli alan emisyonu [1], yakın alan optik mikroskopisi [2], yüksek çözünürlüklü atomik kuvvet mikroskobu ve atomik çözünürlüklü tarama tünelleme mikroskobu [3] gibi farklı uygulamalarda kullanılmaktadır. Ayrıca nanotipler güneş pillerinde [4], optoelektronik [5] ve biyo/kimyasal algılama [6] cihazlarında farklı amaçlar için ilgi çekmektedir. 1986'da Atomik Kuvvet Mikroskoplarının (AKM) icadından bu yana AKM, nanoyapıların özelliklerini görüntülemek ve analiz etmek için yaygın olarak kullanılan bir araç haline gelmiştir. AKM, yüzeylerin nano ölçekte 3 boyutlu(3B) olarak karakterize edilmesine olanak sağlayan taramalı uç mikroskopisi ailesinin bir üyesidir. AKM nano ölçekli uca sahip bir konsol kullanılarak yüzeyin taranması prensibine dayanır. Yüzeyleri görüntülemek ve karakterize etmek için mikro fabrikasyon teknikleri ile üretilmiş bir konsola tutturulmuş keskin bir silisyum uç kullanılmaktadır. Nano yapıları çözmek için çok keskin nano iğneler

* Sorumlu yazar: u.celik@firat.edu.tr. Yazarların ORCID Numarası: ¹ 0000-0002-7759-6821

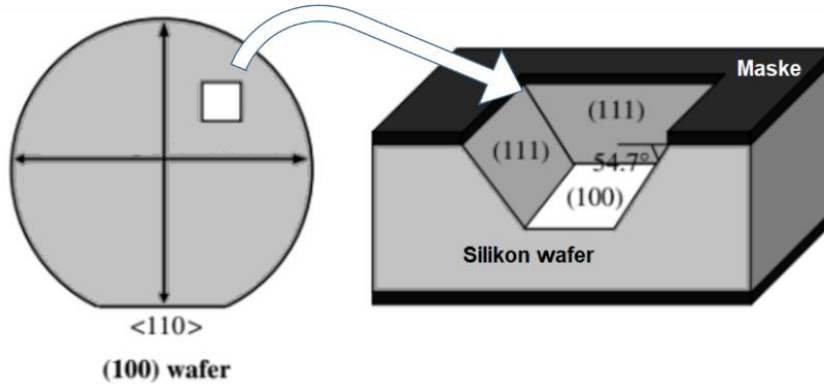
gerekmektedir. Elde edilen 3B görüntü çözünürlüğü nano iğnenin sivriliği ile orantılıdır. Dik yan duvarlara sahip nanoyapıların analiz edilebilmesi için ise yüksek en-boy oranına sahip nano ölçekli uçlara ihtiyaç duyulur.

Atomik Kuvvet Mikroskopları (AKM), malzeme bilimi, biyofizik, nanoteknoloji ve endüstriyel proses kontrolü gibi birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. AKM, yüzey topografyası, mekanik özellikler, elektriksel veya manyetik özelliklerin elde edilmesi gibi ortak kullanım alanlarının yanı sıra birçok deneyin doğal ortamlarında yüksek çözünürlükte gerçekleştirilmesine olanak sağlayan bir tekniktir. Dinamik, temaslı, temassız ve bu modlardan türetilen diğer birçok AFM görüntüleme kipi bulunmaktadır. Dinamik (genlik modülasyonu) tarama modu ağırlıklı olarak kullanılmaktadır. Genlik modülasyonu AKM’de konsol rezonans frekansında salınım yapacak şekilde uyarılır ve konsol salınım genliği geri besleme sinyali olarak kullanılır. Salınım genliği, tarama sırasında bir PID kontrol döngüsü kullanılarak kullanıcı tarafından belirlenen bir titreşim genliğinde sabit tutulur.

AKM’lerde sarf malzeme olarak konsol ve nano-iğneden oluşan problemler kullanılmaktadır. Problemler, ters piramit şekilli kalıplar ve kimyasal aşındırma teknikleri olmak üzere 2 ana teknik ile üretilmektedir. Sonrasında iğne sivriliğini artırmak için oksidasyon bileme tekniği kullanılmaktadır [7, 8]. Kalıplama yöntemi ile üretim nispeten basittir ancak nihai uç sivriliği silisyum aşındırma tekniği ile elde edilen uçlar kadar iyi değildir.

Anizotropik malzemeler farklı yönlerde farklı özellikler gösterir [9]. Anizotropik aşındırma, karmaşık ve genellikle düz şekiller elde etmek için bir malzemeyi belirli yönlerde tercihli olarak aşındırmayı amaçlayan bir mikrofabrikasyon tekniğidir [10]. Bean ve arkadaşları tarafından silikonun hem yönelime bağlı hem de konsantrasyona bağlı olarak aşındırılması tartışılmıştır [10]. Tabata ve arkadaşları tarafından TMAH solüsyonlarında silikonun anizotropik aşınma davranışı incelenmiştir [11]. Birçok AKM probu ıslak anizotropik aşındırma veya kuru reaktif iyon aşındırma (RIE) [12, 13] teknikleri ile üretilmektedir. Islak aşındırma tekniği ile mikrofabrikasyon daha düşük maliyetlidir ve pahalı ekipmanlar gerektirmez. KOH çözeltisi ile anizotropik aşındırmada iğne sivriliği yeteri kadar keskin olmadığından ek olarak oksidasyon bileme aşaması uygulanmaktadır [14, 15].

Bu çalışmada, ıslak aşındırma işlemi ile silisyum iğnelerin mikro imalatı üzerinde çalışılmıştır. Anizotropik ıslak aşındırma için potasyum hidroksit (KOH) ve tetrametil amonyum hidroksit (TMAH) solüsyonları kullanılmıştır. Kontrollü geometriye sahip mikro iğneler üretebilmek için süreç optimize edilmiştir. Silisyum mikro iğneler maskelenmiş silisyum (100) plakanın (wafer) hızlı aşınan düzlemlerinde aşınması prensibine dayanmaktadır [16]. Bir (100)-Si plakasında anizotropik aşındırma ile oluşturulan kare/dikdörtgen şekilli boşluk şematik olarak Şekil 1’de gösterilmiştir [17].



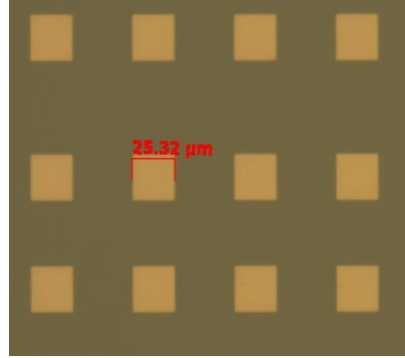
Şekil 1. Anizotropik aşındırmadan sonra (100)-Si wafer yüzeyindeki kare şeklindeki bir açıklığın üç boyutlu görünümü. Karenin kenarları 110 yön boyunca hizalanır.

Biswas ve ekibi tarafından farklı banyo sıcaklıklarında dört farklı KOH ve TMAH konsantrasyonları için n-tipi ve p-tipi silisyumun aşınma karakteristikleri belirlenmiştir [18]. Çalışmada KOH ile aşındırma hızının TMAH’a göre benzer koşullar için yaklaşık iki kat fazla olduğu gözlemlenmiştir. Kang ve arkadaşları tarafından Deep reactive-ion etching (DRIE) kullanılarak yüksek en boy oranlı silikon nano-iğneler üretilmiştir ancak DRIE yöntemi ıslak aşındırma yöntemine göre daha maliyetlidir [19]. Wang ve arkadaşları tarafından fonksiyonelleştirilmiş altın küreteler maske olarak kullanılarak silikon nano-iğneler üretilmiştir [20]. Ancak, çalışmada kontrollü dizi nano-iğneler üretilmemiştir. İçbükey ve dışbükey mikroyapıların üretiminde maske geometrisinin etkisi Pal ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır ancak nano-iğnelerin oluşumunda maske geometrisi etkisi ile ilgili çalışma yapılmamıştır [21]. Islak aşındırma, DRIE ve yüzey aktif maddeyle modifiye edilmiş TMAH aşındırma ile farklı en boy oranlarına sahip keskin silikon uçlar elde edilmiştir [22].

2. Deneysel Çalışmalar ve Bulgular

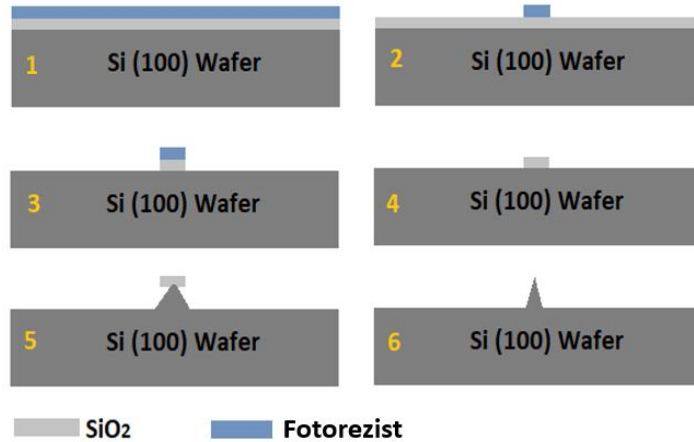
Deneysel çalışmalarda p-tipi (100) silisyum altlıklar kullanılmıştır. İlk olarak, nano-iğne üretimi için silisyum (100) plakanın her iki tarafına silisyum oksit (SiO_2) tabakası kaplanmıştır. Oksit kaplama için plazma ile güçlendirilmiş kimyasal buhar biriktirme (PECVD) sistemi kullanılarak 3000 Å kalınlığında SiO_2 tabakası büyütülmüştür. SiO_2 tabakası aşındırma maskesi olarak kullanılmıştır. Oksit kaplanan silisyum plaka, Şekil 2'de verilen fotolitografi maskesi kullanılarak desenlenmiştir. Bu amaçla döndürmeli kaplama (Spin Coater) cihazı kullanılarak fotorezist silisyum plaka üzerine kaplanmış ve kurutulmuştur. Kaplama işlemi sonrasında maske hizalayıcı (mask aligner) cihaz ile rezist UV ışığa maruz bırakılarak maskede bulunan desen silisyum plakaya aktarılmıştır. Buffer oxide etcher (BOE) kullanılarak UV ışığa maruz kalmayan alanlardaki oksit tabaka aşındırılarak mikro-desenlenmiş yüzey elde edilmiştir. Aşındırma işlemi Polytetrafluoroethylene (PTFE) silindirik kap içerisinde gerçekleştirilmiştir.

Silisyum nano iğnelerin mikrofabrikasyonu için 2 inç Si (100) altlıklar kullanılmıştır. Litografi için desen olarak $25\mu\text{m} \times 25\mu\text{m}$ ve $75\mu\text{m} \times 75\mu\text{m}$ maskeler kullanılmıştır. Optik maskeler silisyum plaka kesim yönüne göre 45 ve 90 derece hizalanmıştır. Çalışmada kullanılan optik maske Şekil 2'de verilmiştir. Rezist olmayan bölgelerdeki SiO_2 oksit tabakası 7:1 BOE sulu çözeltisi ile aşındırılmıştır. Silisyum aşındırma için %40 ve %25 sulu KOH ve TMAH çözeltileri kullanılmıştır. Tüm aşındırma işlemi 80° çözelti sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2. $25\mu\text{m} \times 25\mu\text{m}$ kare optik litografi maskesi

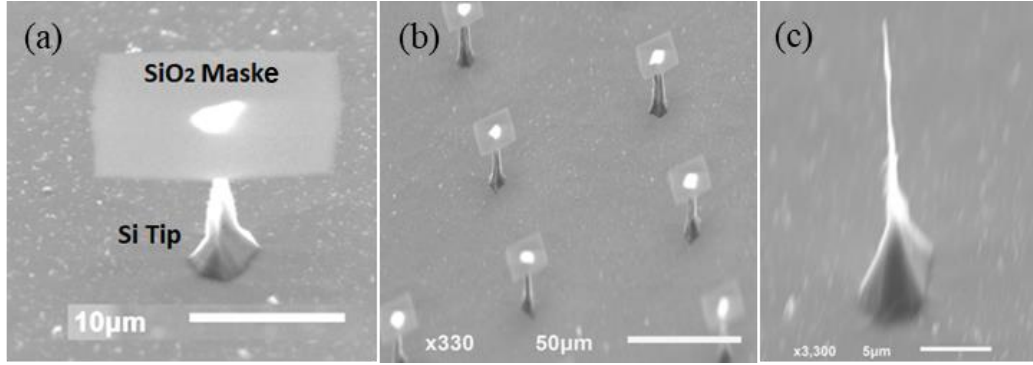
Nanotip üretim adımları Şekil 3'te verilmiştir. İlk olarak, PECVD kullanılarak 300 nm SiO_2 tabakası silisyum wafer yüzeyine büyütülmüş ve sonrasında optik litografi tekniği ile oksit tabakası desenlenmiştir. BOE (7:1) solüsyonu kullanılarak nano uç alanı dışındaki SiO_2 tabakası aşındırılmıştır. Silisyum plaka yüzeyi izopropil alkol ve aseton ile temizlendikten sonra anizotropik aşındırma işlemi başlatılmıştır. Oksit ile desenlenen alanlar korunmuştur ve aşındırıcı kimyasala maruz kalan alanların aşınması sağlanmıştır. Zamanla maskelenmiş oksit kaplı alanlar alttan aşınmaya başlamaktadır. Bu alanlardaki aşınma hızı, silisyum anizotropik aşınma düzlemlerine göre çok daha düşüktür. Maskelerin altında hızlı aşındırma düzlemlerinin alttan kesilmesiyle nano iğneler oluşmaktadır. Aşınmanın devam etmesiyle birlikte son olarak SiO_2 başlıklar iğne ucundan ayrılmaktadır.



Şekil 3. Nano iğne üretim adımları

2.1. Yüksek En/Boy Oranlı Nanotipler

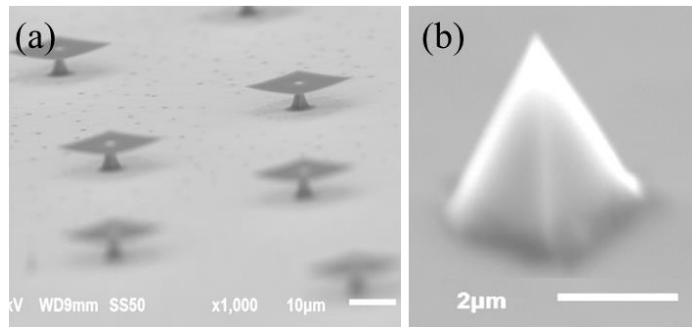
Çalışmada maske olarak desenlenmiş $25\mu\text{m} \times 25\mu\text{m}$ SiO_2 film kullanılmıştır. Silisyum aşındırma için %40 KOH çözeltisi kullanılmıştır. Aşındırma işlemi sırasında sıcaklık 80°C 'de sabit tutulmuş ve çözelti 200 rpm'de aşındırma işlemi süresince karıştırılmıştır. Şekil 4(a)'da 18 dakika aşındırılan nanotip, (b)'de 18 dakika aşındırılan nanotip dizisi ve (c)'de 20. dakika aşındırılan nanotip SEM mikroskop görüntüleri verilmiştir. SEM görüntülerinden de anlaşılacağı gibi ıslak aşındırma tekniği kullanılarak nano iğne oluşum sürecinin oldukça zaman kritik olduğu görülmektedir. Oksit şapkanın ayrılması ile birlikte nano iğne oluşumu tamamlanmaktadır ve sonrasında aşınma işlemi sonlandırılmadığı takdirde hızlı bir şekilde nano iğnenin gövdesi de aşınmaktadır. Şekil 4(a)'da oksit şapka görülmektedir, aşındırma süresinin 2 dakika daha devam ettirilmesi ile birlikte şapkanın ayrıldığı görülmektedir. Belirtilen şartlarda aşındırma sonrasında çok yüksek en boy oranına sahip silisyum nano iğneler üretilmiştir. Yüksek en boy oranına sahip iğneler AKM'lerde derin dik çukurları görüntülemeye kullanılabilir.



Şekil 4. Nano iğne SEM görüntüleri (a) 18 dakika aşındırılmış nano iğne, (b) 18 dakika aşındırılmış nano iğne dizisi, (c) 20 dakika aşındırılmış nano iğne (40% KOH, 80°C , $25\mu\text{m}^2$)

2.2. Piramidik Nanotipler

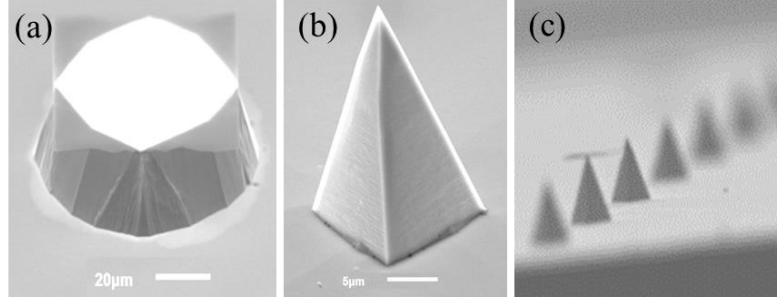
Ayrıca nano iğne aşındırma işlemi için TMAH çözeltisi kullanılmıştır. TMAH daha yavaş aşındırma hızı ve aşındırma sırasında ortaya çıkan daha az hidrojen gaz kabarcıklarından dolayı KOH çözeltisine göre daha kontrollü silisyum aşındırma işlemine izin vermektedir. Silisyum nano iğne üretimi için $25\mu\text{m} \times 25\mu\text{m}$ oksit maske kullanılmıştır. Kare oksit maske $\langle 100 \rangle$ düzleminde $\langle 110 \rangle$ yönüne göre 45° hizalanmıştır. TMAH çözeltisi kullanılarak aşındırma neticesinde piramidal nano iğneler üretilmiştir. Üretilen nano iğneler Şekil 5'te verilmiştir. Uç yüksekliği $4\mu\text{m}$ olarak ölçülmüş ve uç yarıçapının 50nm 'den daha küçük olduğu SEM görüntüsünden anlaşılmaktadır.



Şekil 5. Nano iğne SEM görüntüleri (a) 14 dakika aşındırılmış nano tip, (b) 16 dakika aşındırılmış nano tip (25% TMAH, 80°C , $25\mu\text{m}^2$)

Daha uzun nano iğneler için $75\mu\text{m} \times 75\mu\text{m}$ oksit maske kullanılmıştır. 16 ve 70 dakika aşındırma sonrasındaki nanotip oluşum durumu Şekil 6(a) ve (b)'de verilmiştir. Aşınma geometrisi 16 dakika sonunda sekizgendir, ancak

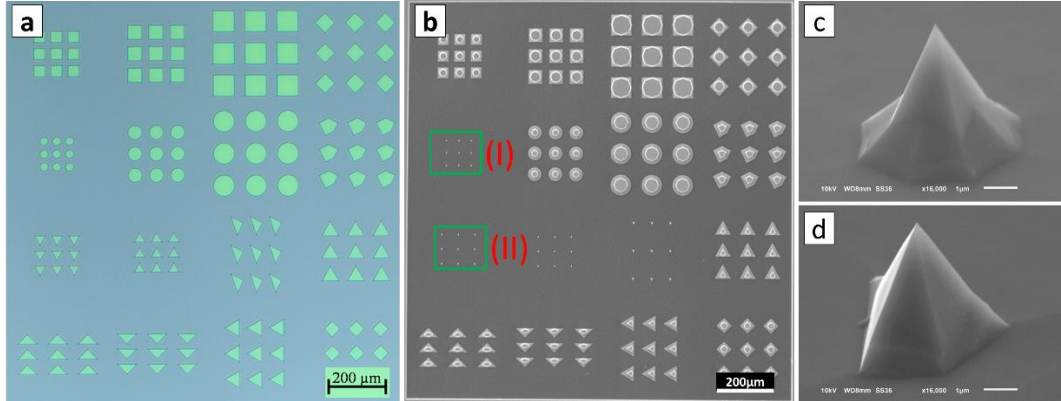
aşınma geometrisi 70 dakika sonunda piramidal yapıya dönüştüğü görülmektedir. Hızlı aşınma düzlemlerinin alttan kesilmesi Şekil 6(a)'da açıkça görülmektedir. Şekil 6(c)'de 70 dakika aşındırılmış nano tip dizisi (25% TMAH, 80 °C, 75µm²)



Şekil 6. TMAH ile aşındırılan nano iğne SEM görüntüleri (a) 16 dakika aşındırılmış nano tip, (b) 70 dakika aşındırılmış nano tip (c) 70 dakika aşındırılmış nano tip dizisi (25% TMAH, 80 °C, 75µm²)

2.3. Maske Geometrisinin Nano İğne Geometrisine Etkisi

Çalışmada ayrıca maske geometrisinin nano tip geometrisi üzerindeki etkilerinin araştırılabilmesi amacıyla farklı geometrilere sahip bir optik maske tasarlanmıştır. Şekil 7(a)'da oksit aşındırma sonrası maske görüntüsü verilmiştir. Maskede farklı büyüklük ve yönelimlerde kare, yuvarlak, üçgen beşgen gibi farklı geometriler yer almaktadır. Bilindiği üzere ıslak aşındırmada kristal yönelimine göre aşınma hızları farklılık göstermektedir. Desenlenmiş silisyum plaka 80°C'de, sulu %25 TMAH çözeltisinde 20 dakika aşındırılmıştır. Aşınma sonrası elektron mikroskop görüntüsü Şekil 7(b)'de verilmiştir. Şekil 7(b)'de (I) olarak işaretlenen 25µm çapa sahip daire yapıların aşınma işleminin tamamlanarak nano iğnelerin oluştuğu görülmektedir. Oluşan nano iğne geometrisi elektron mikroskop görüntüsü Şekil 7(c)'de verilmiştir. Aşınma geometrisinin başta sekizgen bir geometri ile başladığı, sonrasında kare piramit geometrisine döndüğü görülmektedir. Şekil 7(b)'de (II) olarak işaretlenen alanda kenar uzunluğu 25µm olan üçgen geometrisi aşınma maskesi görülmektedir. Üçgen geometrilili maskenin aşınması sonrasında oluşan nano-tip geometrisi Şekil 7(d)'de verilmiştir. Aşınma sonrasında oluşan nano iğnenin asimmetrik beşgen piramit yapıda olduğu görülmektedir. Farklı maske geometrileri ile farklı 3 boyutlu yapılarda nano iğneler elde edilebilmiştir.

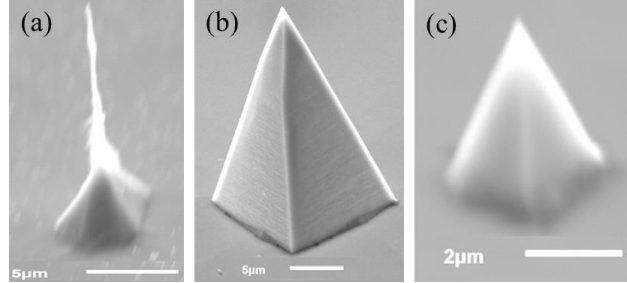


Şekil 7. Maske geometrisinin nano iğne geometrisine etkisi; (a) oksit aşındırma sonrası maske görüntüsü, (b) 80°C'de, %25 TMAH çözeltisinde 20 dakika aşınmış silisyum plaka, (c) (I) olarak etiketlenmiş alanda yer alan daire maskeden elde edilen nano iğne, (d) (II) olarak etiketlenmiş alanda yer alan üçgen maskeden elde edilen nano iğne.

3. Tartışma

Bu çalışmada 4 µm ve 22 µm yüksekliklerine sahip piramidal nano iğneler tasarlanmış ve üretilmiştir. Ayrıca, çok yüksek en-boy oranlı 20 µm yüksekliğe sahip nano iğneler üretilmiştir. Mikrofabrikasyon için aşındırma süreleri, maske boyutları ve oryantasyonu optimize edilmiştir. Farklı geometrilere sahip üretilen nano iğnelerin SEM görüntüleri Şekil 8'de gösterilmiştir. KOH çözeltisi ile daha agresif ve hızlı aşındırma gerçekleştirilebildiği

ancak aşınma sırasında ortaya çıkan hidrojen gaz kabarcıklarından dolayı üretim geometrisinin daha kontrolsüz olduğu görülmüştür. TMAH çözeltisi ile kontrollü piramidik yapıya sahip nano-iğneler üretilmiştir. %40 sulu KOH çözelti içerisinde 80° sıcaklıkta 70µm/s hızında, %25 sulu TMAH çözelti içerisinde 80° sıcaklıkta ise 30µm/s hızında silisyum (100) altlığı aşındırılabilceği görülmüştür.



Şekil 8. Üretilen nano iğneleri elektron mikroskobu görüntüleri (a) KOH ile aşındırılmış iğne, (b)

4. Sonuçlar

Nano iğneler kontrollü transdermal ilaç salımı, taramalı uç mikroskobu ve yansıma önleyici kaplama gibi uygulamalarda yoğun ilgi çekmektedir. Bu çalışmada ıslak aşındırma yöntemi ile basit, düşük maliyetli ve kontrol edilebilir nano iğne üretim yöntemi önerilmektedir. Farklı aşındırma şartlarında farklı nano iğne geometrileri elde edilmiştir. Aşındırma çözeltisi olarak sulu KOH ve TMAH çözeltileri kullanılmıştır. TMAH çözeltisi ile daha kontrollü ancak yavaş silisyum aşındırılması yapılabildiği görülmüştür. KOH ile daha agresif ve hızlı, yüksek en boy oranına sahip nano iğneler üretilebileceği görülmüştür. Çalışmada yüksek en boy oranına sahip 20µm yükseklik ve 200 nm çaptan küçük çubuğumsu nano iğneler üretilmiştir. Ayrıca 4 ve 20 µm yüksekliğinde piramidal iğneler üretilmiştir. Üretilen piramidal şekilli uç yarıçapı elektron mikroskobu ile 50 nm'den küçük olarak ölçülmüştür. Farklı boyut ve geometrilere sahip maskelerin nano iğne geometrisi üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Daire geometrili aşındırma maskesi ile simetrik yapıya sahip tabanı sekizgen olan ve uç kısmı kare prizma olan nano iğne elde edilmiştir. Üçgen geometrili maske ile asimetrik yapıya sahip beşgen piramit geometrili nano iğne elde edilmiştir.

Teşekkür

Sabancı Üniversitesi SUNUM'dan Süleyman Çelik'e faydalı tartışmalar için teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- [1] F. Houdellier, A. Masseboeuf, M. Monthieux et al., "New carbon cone nanotip for use in a highly coherent cold field emission electron microscope," *Carbon*, vol. 50, no. 5, pp. 2037-2044, 2012.
- [2] M. Jung, D. Kim, and S. Choi, "Fabrication of sub-10nm Si-tip array coated with Si₃N₄ thin film for potential NSOM and liquid metal ion source applications," *Microelectronic engineering*, vol. 53, no. 1-4, pp. 399-402, 2000.
- [3] M. d. Rezek, and C. Joachim, "Nanotip Technology for Scanning Probe Microscopy Chapter," *Scanning Probe Microscopy*, pp. 1, 2010.
- [4] C. Striemer, and P. Fauchet, "Dynamic etching of silicon for broadband antireflection applications," *Applied physics letters*, vol. 81, no. 16, pp. 2980-2982, 2002.
- [5] F. Ponce, and D. Bour, "Nitride-based semiconductors for blue and green light-emitting devices," *nature*, vol. 386, no. 6623, pp. 351-359, 1997.
- [6] S. Nakamura, "The roles of structural imperfections in InGaN-based blue light-emitting diodes and laser diodes," *Science*, vol. 281, no. 5379, pp. 956-961, 1998.
- [7] A. Folch, M. S. Wrighton, and M. A. Schmidt, "Microfabrication of oxidation-sharpened silicon tips on silicon nitride cantilevers for atomic force microscopy," *Journal of microelectromechanical systems*, vol. 6, no. 4, pp. 303-306, 1997.
- [8] I. Rangelow, "Sharp silicon tips for AFM and field emission," *Microelectronic Engineering*, vol. 23, no. 1-4, pp. 369-372, 1994.
- [9] I. H. Kara, "Wear Behavior of Hot Rolled AZ31B and AZ31B-Nd-La Mg Alloys Tested at Different Angles to Rolling Direction," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 31, no. 6, pp. 4925-4933, 2022.
- [10] K. E. Bean, "Anisotropic etching of silicon," *IEEE Transactions on electron devices*, vol. 25, no. 10, pp. 1185-1193, 1978.

- [11] O. Tabata, R. Asahi, H. Funabashi et al., "Anisotropic etching of silicon in TMAH solutions," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 34, no. 1, pp. 51-57, 1992.
- [12] A. Boisen, O. Hansen, and S. Bouwstra, "AFM probes with directly fabricated tips," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 6, no. 1, pp. 58, 1996.
- [13] L. Li, X. Han, W. Wu et al., "Fabrication of novel cantilever with nanotip for AFM applications." pp. 2383-2386.
- [14] J. Han, X. Li, H. Bao et al., "AFM probes fabricated with masked–maskless combined anisotropic etching and p+ surface doping," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 16, no. 2, pp. 198, 2005.
- [15] D. Resnik, D. Vrtnacnik, U. Aljancic et al., "Different aspect ratio pyramidal tips obtained by wet etching of (100) and (111) silicon," *Microelectronics journal*, vol. 34, no. 5-8, pp. 591-593, 2003.
- [16] M. Shikida, K.-i. Nanbara, T. Koizumi et al., "A model explaining mask-corner undercut phenomena in anisotropic silicon etching: a saddle point in the etching-rate diagram," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 97, pp. 758-763, 2002.
- [17] P. Pal, "Some novel processes and techniques for MEMS design, fabrication and characterization," 2004.
- [18] K. Biswas, and S. Kal, "Etch characteristics of KOH, TMAH and dual doped TMAH for bulk micromachining of silicon," *Microelectronics journal*, vol. 37, no. 6, pp. 519-525, 2006.
- [19] C. K. Kang, S. M. Lee, I. D. Jung et al., "The fabrication of patternable silicon nanotips using deep reactive ion etching," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 18, no. 7, pp. 075007, 2008.
- [20] Y. Wang, L. Zhu, Y. Zhang et al., "Silicon nanotips formed by self-assembled Au nanoparticle mask," *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 12, pp. 1821-1828, 2010.
- [21] P. Pal, and K. Sato, "Fabrication methods based on wet etching process for the realization of silicon MEMS structures with new shapes," *Microsystem technologies*, vol. 16, pp. 1165-1174, 2010.
- [22] B. Tang, K. Sato, and M. A. Gosálvez, "Sharp silicon tips with different aspect ratios in wet etching/DRIE and surfactant-modified TMAH etching," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 188, pp. 220-229, 2012.