



(12) 등록특허공보(B1)

(24) 등록일자 2021년12월10일

- JP2017083418 A

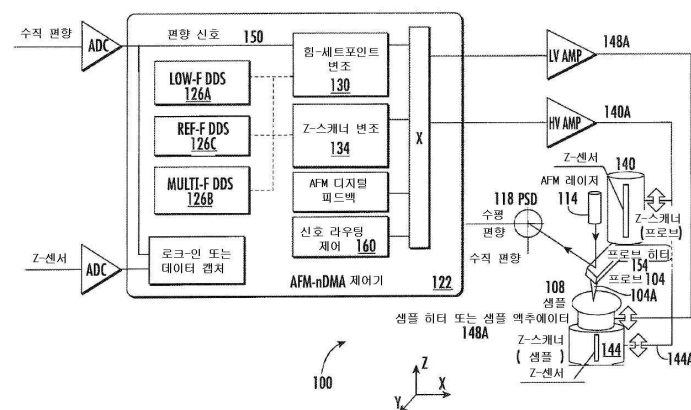
- 특허법인 남앤남

심사관 : 오용균

- (54) 발명의 명칭 원자력 현미경(AFM) 하드웨어로 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법 및 장치

연질-재료 샘플의 점탄성 특성들을 매핑하기 위해 나노스케일로 연질 재료들의 기계적 특성들을 표현하는 데이터를 동적 방식으로 수집하고 분석하도록 구성된, 하드웨어 및 소프트웨어를 포함한 원자력-현미경-기반 장치 및 방법이 개시된다. 장치는 기존 원자력 현미경 디바이스에 추가로 사용된다.

## 대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

*G01Q 10/04* (2013.01)

*G01Q 10/06* (2013.01)

*G01Q 20/04* (2013.01)

*G01Q 30/06* (2013.01)

*G01Q 30/10* (2013.01)

*G01Q 60/38* (2013.01)

*G01N 2203/0005* (2013.01)

*G01N 2203/0094* (2013.01)

*G01N 2203/0286* (2013.01)

(72) 발명자

**피텐거, 베데**

미국 93117 캘리포니아 골레타 로빈 힐 로드 112

**시에드-아마눌라, 시에드-아시프**

미국 55344 미네소타 미니애폴리스 웨스트 76 스트리트 9625

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

AFM(atomic-force-microscope)-기반 시스템으로 연질 점탄성 샘플(soft viscoelastic sample)의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법으로서,

상기 시스템의 프로브의 캔틸레버(cantilever)가 상기 캔틸레버의 공칭 배향(nominal orientation)으로부터 미리 결정된 양만큼 편향될 때까지 상기 샘플의 표면을 향해 상기 프로브를 재포지셔닝(repositioning)하는 단계;

i) 상기 프로브에 의해 생성된 평균 샘플-로딩 힘(average sample-loading force), 및

ii) 상기 프로브의 팁과 상기 표면 사이의 접촉 영역

중 적어도 하나를 실질적으로 일정하게 되도록 유지하기 위해 상기 재포지셔닝을 수정하는 단계;

일 세트의 미리 정의된 주파수들에서, 상기 표면의 크리프(creep) 및 상기 시스템의 공간 드리프트 중 적어도 하나를 보상하면서 상기 표면의 점탄성 파라미터를 측정하는 단계; 및

상기 측정의 가변 조건들 중 적어도 하나의 함수로서 상기 점탄성 파라미터를 표현하고 사용자에게 의해 지각 가능한 출력을 생성하는 단계를 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연질 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 2

제1 항에 있어서,

상기 측정하는 단계는 상기 세트의 미리 정의된 주파수들로부터의 다수의 주파수들에서 동시에 수행되는,

AFM-기반 시스템으로 연질 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 3

제1 항에 있어서,

상기 수정하는 단계는 상기 세트의 미리 정의된 주파수들로부터의 주어진 여기 주파수에서 상기 프로브에 의해 상기 샘플에 인가되는 샘플-로딩 힘(sample-loading force)을 변조하는 단계를 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연질 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 4

제1 항에 있어서,

상기 수정하는 단계는 상기 표면과 상기 프로브의 베이스 사이의 분리가 변조되는 동안 상기 평균 샘플-로딩 힘을 실질적으로 일정하게 유지하는 단계를 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연질 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 5

제1 항에 있어서,

상기 점탄성 파라미터를 측정하는 단계는,

- 상기 프로브에 의해 상기 샘플 상에 가해지는 여기력 및 상기 여기력에 의해 야기되는 상기 표면의 변형 둘 모두를 동시에 측정하는 것, 그리고

- 상기 시스템의 반복적인 교정을 회피하는 것 중 적어도 하나를 수행하기 위해 상기 시스템의 동작의

이중-채널 복조를 수행하는 단계를 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 6

제1 항에 있어서,

상기 재포지셔닝에 의해 야기된 상기 표면의 크리프의 완화하기에 충분한 시간 기간 동안 상기 시스템의 동작을 홀딩(holding)하는 단계를 더 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 7

제5 항에 있어서,

상기 이중-채널 복조를 수행하는 단계는 상기 측정하는 단계 동안, 상기 시스템의 전자 회로의 제1 센서 및 상기 시스템의 전자 회로의 제2 센서로부터 각각 수신된 제1 데이터 및 제2 데이터를 결합하는 단계를 포함하고,

상기 제1 데이터는 상기 표면에 대한 상기 프로브의 포지션을 표현하고, 상기 제2 데이터는 상기 공칭 배향으로부터 상기 프로브의 캔틸레버의 편향의 정도를 표현하는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 8

제5 항에 있어서,

상기 이중-채널 복조를 수행하는 단계는 상기 시스템의 데이터-획득 전자 회로의 2개의 채널들 중 적어도 하나로부터 수신된 신호 데이터에서의 드리프트-유발 변화들 및 크리프-유발 변화들 중 적어도 하나의 보정을 도입하는 단계를 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 9

제1 항에 있어서,

상기 시스템의 제1 전자 회로 및 제2 전자 회로 중 적어도 하나로, 상기 표면의 크리프에 의해 야기된 상기 접촉 영역의 변화를 보정하기 위해 기준 주파수에서 상기 시스템의 동작을 지속적으로 모니터링하는 단계를 더 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 10

제9 항에 있어서,

상기 지속적으로 모니터링하는 단계는 상기 제1 전자 회로 및 상기 제2 전자 회로 중 하나로만 지속적으로 모니터링하는 단계를 포함하고, 상기 방법은 경질(hard) 표면을 갖는 교정 샘플로부터 획득된 상기 제1 전자 회로 및 상기 제2 전자 회로 중 남은 하나로부터 신호를 표현하는 교정 데이터를 획득하는 단계를 더 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 11

제9 항에 있어서,

상기 표면의 크리프에 의해 야기된 상기 접촉 영역의 변화를 보상하는 단계를 더 포함하고,

상기 보상하는 단계는,

- i) 상기 시스템의 프로그래밍 가능 프로세서로 상기 점탄성 파라미터를 계산하는 동안 상기 접촉 영역

의 변화를 참작하는 단계 - 상기 프로그래밍 가능 프로세서는 상기 AFM과 동작 가능하게 연결됨 - ; 및

ii) 상기 변화를 보상하기 위해 상기 프로브를 재포지셔닝하는 단계 중 적어도 하나를 포함하는, AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 12

제9 항에 있어서,

상기 기준 주파수는 상기 세트의 미리 정의된 주파수들에 포함되지 않는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 13

제1 항에 있어서,

상기 측정하는 단계는,

제1 시간 기간 동안, 상기 시스템의 전자 회로의 센서로부터, 상기 프로브의 팁을 통한 상기 표면의 인덴테이션의 정도를 결정하기 위해 상기 세트의 미리 정의된 주파수들로부터의 주파수에서 제1 세트의 전기 신호들을 획득하는 단계, 및

제2 시간 기간 동안, 상기 시스템의 전자 회로의 센서로부터, 상기 표면의 크리프에 의해 야기되는 상기 접촉 영역의 변화를 보상하기 위해 기준 주파수에서 제2 세트의 전기 신호들을 획득하는 단계를 포함하고,

상기 센서는 상기 표면에 대한 상기 프로브의 포지션을 측정하도록 구성된 센서 및 편향 센서 중 적어도 하나를 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 14

제13 항에 있어서,

상기 기준 주파수는 상기 세트의 미리 정의된 주파수들에 포함되지 않는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 15

제13 항에 있어서,

상기 제1 세트의 전기 신호들을 획득하는 단계 및 상기 제2 세트의 전기 신호들을 획득하는 단계는 서로 교번하여 처리되는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 16

제13 항에 있어서,

상기 프로브의 팁과 상기 샘플의 표면 사이의 접촉의 동적 강성의 변화의 결정에 기초하여 상기 접촉 영역의 변화를 보상하는 단계를 더 포함하는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 17

제3 항에 있어서,

상기 샘플-로딩 힘을 변조하는 단계는, 상기 세트의 미리 정의된 주파수들로부터의 각각의 주어진 여기 주파수에서 상기 샘플-로딩 힘의 각각의 오실레이터리 컴포넌트(oscillatory component)의 진폭 및 위상을 개개의-대응하는 타겟 값으로 조정함으로써 수행되는 반면, 상기 조정하는 것은 인가되는 변조된 샘플-로딩 힘에 대한 상기

샘플의 재료의 응답에 의존하는,

AFM-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법.

#### 청구항 18

AFM(atomic-force-microscope) 하드웨어로 점탄성 샘플의 표면의 기계적 특성을 결정하도록 구성된 장치로서,

적어도 하나의 주파수에서 제1 오실레이터리 신호(oscillatory signal)를 생성하도록 구성된 여기 전자 회로(excitation electronic circuitry) - 상기 제1 오실레이터리 신호는 저 주파수 신호, 다중-주파수 신호, 혼합 주파수 신호 중 임의의 것을 포함하고, 상기 저 주파수 신호는 최대 1,000 Hz의 주파수에서의 단일 정현파 신호이고, 상기 다중-주파수 신호는 다중 주파수들에서의 신호이고, 그리고 상기 혼합 주파수 신호는 해당하는 고유 주파수(distinct frequency)에서 다수의 정현파 신호들의 조합임 -;

상기 여기 전자 회로와 동작 가능하게 협력하는 전자-기계 서브-시스템 - 상기 전자-기계 서브-시스템은,

AFM의 캔틸레버 프로브의 캔틸레버가 상기 캔틸레버의 공칭 배향으로부터 미리 결정된 양만큼 편향되는 포인트까지 상기 샘플 및 상기 캔틸레버 프로브 중 하나를 상기 샘플 및 상기 캔틸레버 프로브 중 남은 하나에 대해 재포지셔닝하고;

상기 샘플의 표면에 대해, i) 상기 캔틸레버 프로브에 의해 생성된 평균 샘플-로딩 힘, 및 ii) 상기 캔틸레버 프로브의 팁과 상기 샘플의 표면 사이의 접촉 영역 중 적어도 하나가 실질적으로 일정하게 유지되는 포지션에 상기 프로브를 유지하고;

상기 제1 오실레이터리 신호를 상기 전자-기계 서브-시스템으로 전달함으로써 상기 샘플 및 상기 캔틸레버 프로브 중 하나의 기계적 오실레이션을, 상기 샘플 및 상기 캔틸레버 프로브 중 남은 하나에 대해 야기하도록 구성된 - ;

상기 장치의 동작을 특성화하는 시간적 팩터 및 공간적 팩터 중 적어도 하나의 함수로서 상기 캔틸레버의 편향을 검출하도록 구성된 포지션-검출 시스템;

상기 전자-기계 서브-시스템과 전기 통신하는 프로그래밍 가능 프로세서를 포함하고,

상기 프로그래밍 가능 프로세서는,

상기 여기 전자 회로로부터 상기 전자-기계 서브-시스템으로 상기 제1 오실레이터리 신호를 전달하고,

상기 샘플 및 상기 AFM의 캔틸레버 프로브 중 하나의, 상기 샘플 및 상기 캔틸레버 프로브 중 남은 하나에 대한 재포지셔닝에 의해 야기되는 상기 표면의 크리프를 완화하기에 충분한 완화 시간 기간 동안 상기 전자-기계 서브-시스템의 동작을 중단하고; 그리고

상기 완화 시간 기간이 경과된 이후 상기 표면의 점탄성 파라미터를 결정하기 위해 상기 포지션-검출 시스템으로부터 데이터를 획득하도록 프로그래밍되는,

AFM 하드웨어로 점탄성 샘플의 표면의 기계적 특성을 결정하도록 구성된 장치.

#### 청구항 19

제18 항에 있어서,

일 세트의 미리 정의된 주파수들에서, 상기 표면의 크리프를 보상하면서 상기 표면의 상기 점탄성 파라미터를 측정하도록 구성된 전자 회로; 및

상기 프로세서와 동작 가능하게 통신하고, 상기 점탄성 파라미터를 측정하는 프로세스의 가변 조건들 중 적어도 하나의 함수로서 상기 점탄성 파라미터를 표현하고 사용자에게 의해 지각 가능한 출력을 생성하도록 구성된 레코딩 디바이스를 더 포함하는,

AFM 하드웨어로 점탄성 샘플의 표면의 기계적 특성을 결정하도록 구성된 장치.

#### 청구항 20

제18 항에 있어서,

상기 여기 전자 회로는 단일 주파수에서 상기 제1 오실레이터 신호를 생성하도록 구성되는, AFM 하드웨어로 점탄성 샘플의 표면의 기계적 특성을 결정하도록 구성된 장치.

#### 청구항 21

삭제

#### 청구항 22

삭제

#### 청구항 23

삭제

#### 청구항 24

삭제

#### 청구항 25

삭제

### 발명의 설명

#### 기술 분야

- [0001] [0001] 본 특허 출원은, 2018년 8월 6일에 출원된 미국 가 특허 출원 번호 제62/715,166호 및 2018년 11월 20일에 출원된 미국 가 특허 출원 번호 제62/769,905호의 이익을 주장하고 이를 우선권으로 주장한다. 위에서 식별된 특허 출원들 각각의 개시내용은 본원에 인용에 의해 포함된다.
- [0002] [0002] 본 발명은 일반적으로 재료들의 동적 기계적 특성들을 결정하는 방법론들에 관한 것으로, 보다 구체적으로, 특정 주파수 범위 - 실질적으로 연결 재료들의 유변학과 관련된 저주파수 범위에서 원자력 현미경의 사용하여 수행된 재료들의 나노스케일 유변학(nanoscale rheology)에 관한 것이다.

#### 배경 기술

- [0003] [0003] DMA(Dynamic Mechanical Analysis)는 상이한 재료들(이를테면, 금속들, 합성물들, 폴리머들, 엘라스토머들 등)의 점탄성 기계적 특성들을 특성화하도록 설계된 측정 방법론이다.
- [0004] [0004] 점탄성은 변형을 겪을 때 점성 및 탄성 특성들 둘 모두를 나타내는 그러한 재료들의 특성으로 인식된다. 응력을 받는 점성 재료들은 통상적으로 전단 흐름에 저항하고 시간에 따라 선형적으로 변형된다. 탄성 재료들은 늘려질 때 변형되고 응력이 제거되면 신속하게 그의 오리지널 상태로 리턴한다. 점탄성을 고려하면, 로딩 힘(load force)(응력)에 대한 응답으로 고체 재료가 나타내는 변형(스트레인)은 통상적으로 시간의 존적일 뿐만 아니라: 이러한 변형(스트레인)은 로드(응력) 크기뿐만 아니라 로딩의 레이트(~ 로딩 레이트) 및 완화 시간에도 또한 의존한다.
- [0005] [0005] 거시적(또는 벌크) DMA 유변학적 특성화 절차들에 따르면, 주기적(조화적인(harmonic)) 인장, 압축, 굴곡 또는 전단 응력이 통상적으로 재료 샘플에 인가되어, 이러한 로드의 결과로서 샘플의 여기를 야기한다. 그 후, 재료의 기계적 응답(예컨대, 이러한 응답의 진폭 및 위상)은 여기의 주파수(여기 주파수)에서 분석된다. 분석은 일반적으로 로크-인 증폭기(lock-in amplifier)를 사용하여 수행된다. DMA 방법론은 통상적으로 MPa 또는 GPa로 표현되는 재료의 저장 모듈러스( $E'$ ) 및 재료 손실 모듈러스( $E''$ )뿐만 아니라 ("손실-팩터(loss-factor)", "손실-탄젠트(loss-tangent)", 또는 "댐핑(damping)"으로써 또한 알려진 "tan-delta"로서 지칭되는) 이러한 모듈러스들 비( $E''/E'$ )를 측정하도록 설계되었다. 이러한 재료 특성들은 주파수, 온도, 시간, 응력 또는 로드, 환경 조건들 또는 이들의 조합의 함수로서 특성화된다. (대안적인 용어 - DMTA(Dynamic Mechanical Thermal Analysis) - 는 때로는 DMA 측정들의 결과의 종속성 또는 온도 치수(temperature dimension)를 강조하는 데 사용됨).
- [0006] [0006] 연결 재료들의 기계적 특성들을 고려하는데 있어, 저주파수 기계적 특성들(즉, 수백 Hz까지, 예컨대,

300 Hz까지의 주파수들에서의 기계적 특성들)은 생체재료(biomaterial)들 및 세포들의 통상적인 생리적인 모션과 가장 관련이 있는 것으로 인식된다. 생체재료들 및 세포들의 저주파수 기계적 특성들을 결정하는 능력은 연질 재료들에 대한 현재 지식을 상당히 확장시킬 것이다. 더욱이, 다양한 다른 재료들의 저주파수 성능에 대한 자세한 이해가 또한 요구되는데 - 예컨대, 현재 산업에서 사용되는 저장 및 손실 모듈러스들의 폴리머 및 고무 데이터베이스들은 실질적으로 미시적 및 나노스케일 데이터가 부족한 것으로 잘 알려져 있다.

[0007] 그러나 기존 DMA 기술들(이를테면, 관련 기술에서 거의 보편적으로 사용되는 재료들의 나노인덴테이션(nanoindentation)의 사용함)은, 연질 재료들에 대해 사용될 때 제한된 공간 분해능을 갖는 것으로 인식되며, 이는 이러한 기술들이 AFM 기반 기구들이 동작하는 길이 스케일로 연질 재료들의 역학을 연구하는 데 사용되는 것을 제한하거나 심지어 방해한다. 예컨대, 현재 존재하는 DMA 기술들 중 일부 - 이를테면, 정의상, 어떠한 AFM-유사 기기도 사용하지 않고 관련 기술에서 그러한 것으로 인식되는 나노인덴터 시스템(nanoindenter system)들을 사용하는 기술들(예컨대, Pharr, G. M., Oliver, W. C. & Brotzen, F. R., Journal of Materials Research 7, 613-617, 1992; S.A. Syed Asif 및 J.P. Pethica, 505, 103, 1997 in Symposium NN- Thin Films- Stresses & Mechanical Properties VII; S.A. Syed Asif et al, Journal of Applied Physics, 90, 3, 2001; Herbert, E. G. et al, Journal of Physics D-Applied Physics 41, 2008 참조)은 어쩌면, 이론적으로 이러한 측정들의 수행을 허용하도록 조직되지만, 예컨대, AFM이 생체재료들 또는 세포들과 같은 연질 재료들에 대한 측정을 수행할 수 있는 길이 스케일에서 실제 측정들을 행하는 것으로부터 기존 DMA 나노인덴터 방법론들을 실질적으로 배제하도록 하는 여러 팩터들이 지적되었다. 이러한 팩터들 중에서, 몇 개만 예로 들자면, 비선형 탄성 응답들 및 종종 상당한 접착이 있다.

[0008] 현재의 AFM-기반 점탄성 측정 기술들은 이러한 기술들의 사용이 재료 크리프 완화를 허용하지 않는다는 점에서 근본적으로 제약을 받으며, 이는 측정 동안 샘플과 프로브의 팁 사이에서 달성되는 접촉의 품질 및/또는 안정성에 필연적으로 영향을 미치고, 결과적으로 측정들의 정확성에 해롭게 영향을 미친다. 이러한 제약(들)으로 인해, 예컨대, US 9,417,170에서 설명된 시스템은 측정 동안 인덴터 프로브와 관심 표면의 접촉의 완화를 위해 대기하는 것을 명시적으로 회피하도록(이를 멀리하고 허용하지 않도록) 구성되고, 그리하여 설명된 시스템 및 방법을 유연화적으로 관련된 (낮은 범위) 주파수들에서 정량적 측정들 및 매핑 둘 모두에 대해 실질적으로 비실용적하게 만든다.

[0009] 당업자는 저주파수들에서 나노스케일로 연질 재료의 동적 모듈러스들을 측정하도록 고안된 AFM-기반 DMA 기술에 대한 강한 수요가 남아 있음을 쉽게 인지한다.

### 발명의 내용

[0010] 본 발명의 실시예들은 다음과 같도록 신중하게 구성된 원자 현미경 양식들을 사용하여 (본원에 정의된 바와 같이) 저주파수들에서 연질 재료들의 기계적 응답의 AFM-기반 나노스케일 측정들(즉, 나노미터들의 기하학적 스케일에 대한 측정들)을 수행하도록 신중하게 구성된다.

[0011] - 평균 샘플-로딩 힘과, 팁과 샘플 사이의 평균 접촉 중 적어도 하나를 실질적으로 일정하게 유지하도록. 하나의 비-제한적인 실시예에서, 예컨대, 샘플-로딩 힘의 DC 컴포넌트는 실질적으로 일정하게 유지되는 반면, 샘플-로딩 힘의 AC 컴포넌트는 바람직하게는 가변적으로 유지된다;

[0012] - 샘플의 여기의 최신 교정을 위해 이중-채널 복조를 수행하도록;

[0013] - 관련 기술과 극명히 대조적으로, 샘플-사전로딩(sample-preloading)에 의해 야기된 샘플의 드리프트/크리프를 의도적으로 고려 및 보상하고 그리고/또는 샘플-사전로딩에 의해 야기된 재료의 초기 드리프트/크리프의 완화를 달성하도록; 그리고

[0014] - (예컨대, 기준 주파수에서 접촉 강성(contact stiffness)을 통해) 접촉 반경을 보정하도록.

[0015] 본 발명의 실시예들은 점탄성 샘플의 표면의 기계적 특성을 결정하도록 구성된 AFM-기반 시스템을 제공한다. 이러한 시스템은 적어도 하나의 주파수에서 제1 오실레이터리 신호(oscillatory signal)를 생성하도록 구성된 신호 생성기, 및 신호 생성기와 동작 가능하게 협력하는 기계 서브-시스템을 포함한다. 여기서, 기계 시스템은, i) 프로브의 캔틸레버(cantilever)가 캔틸레버의 공칭 배향으로부터 미리 결정된 양만큼 편향되는 포인트까지 샘플 및 시스템의 AFM의 캔틸레버 프로브 중 하나를 다른 하나에 대해 제포지셔닝하고; ii) 샘플의 표면에 대해, 1) 프로브에 의해 생성된 평균 샘플-로딩 힘, 및 2) 프로브의 팁과 표면 사이의 접촉 영역 중 적어도 하나가 실질적으로 일정하게 유지되는 포지션에 프로브를 유지하고; iii) 신호 주파수에서 제1 오실레이터리 신호



를 기계 시스템으로 전달한 결과로서 샘플 및 프로브 중 하나의 기계적 오실레이션을, 남은 하나에 대해 야기하도록 구성된다. 시스템은 시스템의 동작을 특성화하는 시간적 및 공간적 팩터 중 적어도 하나의 함수로서 캔틸레버의 편향을 검출하도록 구성된 포지션-검출 시스템을 더 포함한다.

[0016]

[0016] 시스템은 부가적으로 프로그래밍 가능 프로세서를 포함하며, 이 프로세서는 기계적 서브-시스템과 전기 통신하고 신호 생성기로부터 기계 서브-시스템으로 제1 오실레이터 신호를 전달하고, (샘플 및 AFM의 캔틸레버 프로브 중 하나의, 샘플 및 프로브 중 남은 하나에 대한 재포지셔닝에 의해 야기되는) 표면의 크리프의 완화를 위해 충분한 시간 기간 동안 기계 서브-시스템의 동작을 중단하고; 그리고 완화 시간 기간이 경과된 이후 표면의 점탄성 파라미터를 결정하기 위해 포지션-검출 시스템으로부터 데이터를 획득하도록 프로그래밍된다. 여기서, 완화 시간 기간은 샘플 및 AFM의 캔틸레버 프로브 중 하나의, 샘플 및 캔틸레버 프로브 중 남은 하나에 대한 재포지셔닝에 의해 야기된 (표면의) 크리프의 완화를 위해 충분한 시간 기간이다. 하나의 특정 구현에서, 시스템은 부가적으로, 일 세트의 미리 정의된 주파수들에서, 표면의 크리프를 보상하면서 표면의 점탄성 파라미터를 측정하도록 구성된 전자 회로; 및/또는 프로세서와 동작 가능하게 통신하고 점탄성 파라미터의 측정의 프로세스의 가변 조건들 중 적어도 하나의 함수로서 점탄성 파라미터를 표현하고 사용자에게 의해 지각 가능한 출력을 생성하도록 구성된 레코딩 디바이스를 포함할 수 있다. 임의의 구현에서, 신호 생성기는 단일 주파수에서만 제1 오실레이터 신호를 생성하도록 의도적으로 구성될 수 있다.

[0017]

[0017] 실시예들은 부가적으로 AFM(atomic-force-microscope)-기반 시스템으로 연결 점탄성 샘플의 기계적 특성을 결정하기 위한 방법을 제공한다. 방법은, 1) 프로브의 캔틸레버가 캔틸레버의 공칭 배향(nominal orientation)으로부터 미리 결정된 양만큼 편향될 때까지 샘플의 표면을 향해 시스템의 캔틸레버 프로브를 재포지셔닝하는 단계; 및 2) i) 프로브에 의해 생성된 평균 샘플 로딩 힘, 및 ii) 프로브의 팁과 표면 사이의 접촉 영역 중 적어도 하나가 실질적으로 일정하게 되도록 유지하기 위해 재포지셔닝의 프로세스를 수정하는 단계를 포함한다. 방법은 일 세트의 미리 정의된 주파수들에서, 표면의 크리프 및 시스템의 공간 드리프트 중 적어도 하나를 보상 또는 수정하면서 표면의 점탄성 파라미터를 측정하는 단계; 및 측정 프로세스의 가변 조건들 중 적어도 하나의 함수로서 점탄성 파라미터를 표현하고 사용자에게 의해 지각 가능한 출력을 생성하는 단계를 더 포함한다. 일 구현에서, 점탄성 파라미터를 측정하는 프로세스는 상기 세트의 미리 정의된 주파수들로부터의 다수의 주파수들에서 동시에 수행될 수 있다. 임의의 구현에서, 재포지셔닝의 프로세스를 수정하는 단계는 세트의 미리 정의된 주파수들로부터의 주어진 여기 주파수에서 프로브에 의해 샘플에 인가되는 샘플-로딩 힘을 변조하는 단계를 포함할 수 있다. (후자의 특정 경우에, 샘플-로딩 힘을 변조하는 단계는, 세트의 미리 정의된 주파수들로부터의 각각의 주어진 여기 주파수에서 샘플-로딩 힘의 각각의 오실레이터 컴포넌트의 진폭 및 위상을 개개의-대응하는 타겟 값으로 조정함으로써 수행될 수 있는 반면, 이러한 조정은 변조된 샘플-로딩 힘이 인가된 샘플의 재료의 응답에 의존하여 이루어짐). 실질적으로 임의의 구현에서, 재포지셔닝을 수정하는 프로세스는, 표면과 프로브의 베이스 사이의 분리가 변조되는 동안 평균 샘플-로딩 힘을 실질적으로 일정하게 유지하는 단계를 포함할 수 있다. 실질적으로 임의의 실시예에서, 점탄성 파라미터를 측정하는 단계는, (a) 프로브에 의해 샘플 상에 가해지는 여기력(force of excitation) 및 여기력에 의해 야기되는 표면의 변형 둘 모두를 동시에 측정하는 것, 그리고 (b) 시스템의 반복적인 교정을 회피/방지하는 것 중 적어도 하나를 실시하기 위해 시스템의 동작의 이중-채널 복조를 수행함으로써 수행될 수 있다. (특정한 경우에, 그러한 이중-채널 복조를 수행하는 단계는 측정하는 단계 동안, 시스템의 전자 회로의 제1 센서 및 시스템의 전자 회로의 제2 센서로부터 각각 수신된 제1 및 제2 데이터를 결합하는 단계를 포함할 수 있음. 여기서 제1 데이터는 표면에 대한 프로브의 포지션을 표현하고 제2 데이터는 공칭 배향으로부터 프로브의 캔틸레버의 편향의 정도를 표현함). 임의의 실시예에서, 방법은 부가적으로, 재포지셔닝 프로세스에 의해 야기된 표면의 크리프의 완화를 위해 충분한 시간 기간 동안 시스템의 동작을 일시정지 또는 중단하는 단계를 포함할 수 있다. 실질적으로 임의의 실시예에서, 이중-채널 복조를 수행하는 단계는 제1 및 제2 채널들 중 적어도 하나로부터 수신된 신호 데이터에서의 드리프트-유발 변화들 및 크리프-유발 변화들 중 적어도 하나의 보정을 도입하는 단계를 포함할 수 있다.

[0018]

[0018] 실질적으로 임의의 실시예에서, 방법은 시스템의 제1 전자 회로 및 제2 전자 회로 중 적어도 하나로, 표면의 크리프에 의해 야기된 접촉 영역의 변화를 보상/보정하기 위해 기준 주파수에서 시스템의 동작을 지속적으로 모니터링하는 단계를 더 포함할 수 있다. (후자의 구체적인 구현에서, 지속적으로 모니터링하는 단계는 제1 전자 회로 및 제2 전자 회로 중 단 하나만을 사용하여 지속적으로 모니터링함으로써 수행될 수 있고, 경질(hard) 교정 샘플로부터 획득된 제1 전자 회로 및 제2 전자 회로 중 남은 하나로부터 신호를 표현하는 교정 데이터를 획득하는 단계를 더 포함함). 대안적으로 또는 부가적으로, 방법은 표면의 크리프에 의해 야기된 접촉 영역의 변화를 보상하는 단계를 포함할 수 있으며, 이러한 보상하는 단계는, i) 시스템의 프로그래밍 가능 프로세서로 점탄성 파라미터를 계산하는 동안 접촉 영역의 변화를 참작하는 단계 - 프로그래밍 가능 프로세서는 AFM

과 동작 가능하게 연결됨 - ; 및 ii) 이러한 변화를 보상하기 위해 프로브를 재포지셔닝하는 단계 중 적어도 하나를 포함한다. 위의 경우들 중 임의의 경우에, 기준 주파수의 선택은 세트의 미리 정의된 주파수들의 부분이 아닌 기준 주파수를 선택하는 것을 포함할 수 있다.

[0019]

[0019] 방법의 임의의 실시예에서, 측정하는 단계는, i) 제1 시간 기간 동안, 시스템의 전자 회로의 센서로부터, 프로브의 팁을 통한 표면의 인텐테이션의 정도를 결정하기 위해 세트의 주파수들로부터의 주파수에서 제1 세트의 전기 신호들을 획득하는 프로세스, 및 ii) 제2 시간 기간 동안, 시스템의 전자 회로의 센서로부터, 표면의 크리프에 의해 야기되는 접촉 영역의 변화를 보상하기 위해 기준 주파수에서 제2 세트의 전기 신호들을 획득하는 프로세스를 포함하도록 구성될 수 있다. 이러한 경우에, 센서는 표면에 대한 프로브의 위치를 측정하도록 구성된 센서 및 편향 센서 중 적어도 하나를 포함한다. (후자의 특정 구현에서, 세트의 주파수들에 포함되지 않은 기준 주파수가 선택될 수 있음). 제1 세트의 전기 신호들을 획득하는 프로세스 및 제2 세트의 전기 신호들을 획득하는 프로세스는 이러한 획득들이 서로 인터리빙되게 하도록 구성될 수 있다. 방법은 부가적으로 프로브와 샘플 사이의 접촉의 동적 강성의 변화의 결정에 기초하여 접촉 영역의 변화를 보상하는 단계를 포함할 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

[0020]

[0020] 본 발명은 실적이 아닌 도면들과 함께 특정 실시예들의 다음의 상세한 설명을 참조함으로써 보다 완전히 이해될 것이다.

[0021] 도 1은 본 발명의 AFM-nDMA 시스템의 실시예의 개략도를 제공하며, AFM-nDMA 시스템의 동작은 힘 세트 포인트 변조 양식의 절차와 Z-스캐너 변조 전자 회로의 동작의 협력을 포함한다.

[0022] 도 2는 힘 세트포인트 변조 양식을 구현하도록 구성된, 도 1의 실시예의 특정 버전의 개략도이다.

[0023] 도 3a, 도 3b, 도 3c, 도 3d, 도 3e 및 도 3f는 신호 트레이스들, 수직 편향 및 Z 센서의 예들을 제공한다.

[0024] 도 4a 및 도 4b는 PDMS(Polydimethylsiloxane)에 대한 저주파수들(고정된 온도에서)에 대한 저장 모듈러스 및 손실 모듈러스의 종속성들을 예시한다. 본 발명의 AFM-nDMA-기반 실시예로 수행된 측정의 결과와 종래의 벌크 DMA 방법론으로 수행된 결과들 간의 비교가 제공된다.

[0025] 도 5a, 도 5b, 도 5c, 도 5d, 도 5e, 도 5f는 (3개의 상이한 고정된 저주파수들: 0.1 Hz, 1.0 Hz, 5.6Hz에서) 온도의 함수로서 FEP(Fluorinated Ethylene Propylene) 재료의 저장 및 손실 모듈러스들의 측정들의 결과들을 예시한다. 본 발명의 (미크론 이하의 기하학적 스케일로) AFM-nDMA-기반 실시예로 수행된 점탄성 특성들의 측정의 결과들과 (관련 기술에 의해 사용되는) 종래의 벌크 DMA 방법론(약 1 밀리미터 이상의 스케일로)으로 수행된 결과들 간의 비교가 제공된다.

[0026] 도 6a는 주파수에 대해, FEP에 대한 저장 모듈러스 대 손실 모듈러스의 비의 실험적으로-정의된 종속성을 예시한다. 이는 TTS(time-temperature superposition)를 통해 제시된다. 본 발명의 AFM-nDMA-기반 실시예로 수행된 측정의 결과와 종래의 벌크 DMA 방법론으로 수행된 결과들 간의 비교가 제공된다.

[0027] 도 6b, 도 6c는 (도 6a의 그래프에 대응하는) 주파수에 대한 저장 모듈러스 및 손실 모듈러스의 종속성들을 각각 제시한다. 이는 TTS(time-temperature superposition)를 통해 제시된다. 본 발명의 AFM-nDMA-기반 실시예로 수행된 측정의 결과와 종래의 벌크 DMA 방법론으로 수행된 결과들 간의 비교가 제공된다.

[0028] 도 6d는 본 발명의 실시예를 사용하여 수행된 측정 결과들과 종래의 벌크 DMA 방법론으로 수행된 측정의 결과들 간의 비교를 통한 시프트 팩터들의 TTS(time-temperature superposition)의 예를 예시한다.

[0029] 도 7a 및 도 7b는 프로브가 여러 선택된 주파수들을 결합하는 주파수 스펙트럼의 신호로 구동되는 시스템의 동작의 모드들에 대한 예시를 제공한다.

[0030] 일반적으로, 도면들의 엘리먼트들의 크기들 및 상대적 스케일들은 도면들의 단순성, 명확성 및 이해를 적절히 용이하게 하기 위해 실제 스케일들과 상이하게 세팅될 수 있다. 동일한 이유로, 하나의 도면에 존재하는 모든 엘리먼트들이 반드시 다른 도면에서 도시될 필요는 없을 수 있다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021]

[0031] 본 발명의 시스템의 실시예들(하드웨어, 펌웨어 및 소프트웨어를 제한없이 포함함)은 디지털 제어기 및

프로그래밍 가능 프로세서(컴퓨터 시스템)가 장착된 최첨단 AFM(Atomic Force Microscope) 기구를 토대로 구현된다. 샘플의 NDMA(Nanoscale Dynamic Mechanical Analysis)는 제어된 힘으로 샘플 표면과 상호작용하고 샘플 표면을 인덴팅(indent)하는 캔틸레버 프로브(cantilevered probe)의 도움으로 수행되며, 이 힘은 준-정적(DC) 컴포넌트 및 동적(AC) 오실레터리 컴포넌트 둘 모두를 포함한다.

[0022] [0032] 힘의 오실레터리 컴포넌트의 주파수(또는 다수의 주파수들)는 일반적으로, 연질 재료들 및 다양한 폴리머들의 벌크의 거시적 DMA 조사에 관심이 있는 주파수 범위와 실질적으로 매칭되는 범위 즉, 수십년 간 sub-Hz 및 저-Hz 주파수 범위의 제한들(예컨대, 위에서 식별된 바와 같이 0.10 Hz 내지 약 200-300 Hz) 내에 있을 수 있다. 캔틸레버 프로브와 SUT(sample under test) 사이에 이러한 제어된 힘(준정적 및 오실레터리 상호작용 부분들 둘 모두를 포함함)을 인가하는 프로세스에서, 준정적 힘 컴포넌트(적어도 로딩 및 언로딩 변형을 초래함) 및 동적 오실레터리 힘 컴포넌트(오실레터리 로드 하에서 점탄성 변형을 초래함) 각각 및 둘 모두에 대한 샘플의 기계적 응답을 결정하기 위해, 캔틸레버 프로브의 베이스의 샘플 표면에 대한 수직(표기의 줄임을 위해, 수직) 모션이 검출 및 측정된다.

[0023] [0033] 아래의 개시내용에서 "연질 재료들"이라는 용어는 탄성 모듈러스(영(Young) 모듈러스)가 10 GPa를 초과하지 않는 재료들을 지칭한다. (반대로, 교정 목적들로 사용되는 경질 샘플은 100 GPa 범위의 탄성 모듈러스를 갖는 것으로 정의될 수 있음. 일부 경질 재료들의 대략적인 모듈러스 값들은, 사파이어의 경우 - 약 350 GPa; 실리콘의 경우 - 약 150 GPa; 운모의 경우 - 약 130 GPa 이상; 알루미늄의 경우 - 약 70 GPa 이상; 구리의 경우 - 110 GPa 이상을 포함함). 대안적으로 또는 추가로, 주어진 재료가 연질인지 여부는 측정들에 사용된 AFM 프로브의 재료와 비교하여 정의될 수 있는데: AFM 프로브는 종종 실리콘 또는 실리콘 질화물로 만들어져, 약 10 GPa 미만의 탄성 모듈러스를 갖는 "연질 재료"는 팁 재료의 탄성 모듈러스의 10 % 미만일 것이다. 이 경우에, 경질 교정 샘플은 그 값이 시스템의 동작 동안 사용되는 AFM 팁의 재료의 탄성 모듈러스와 실질적으로 동일하거나, 바람직하게는 약 50 % 이상 더 큰 탄성 모듈러스를 갖는 것으로 정의될 수 있다.

[0024] [0034]아래에서 일반적으로 "AFM-nDMA"로서 지칭되는 본 발명의 시스템 및 방법의 실시예들은, 나노스케일 동적 응답 상에서 로컬화된 SUT의 측정들을 가능하게 하기 위해, 저주파수 범위(예컨대, 구현에 의존하여, sub-Hertz 주파수 범위 또는 10 Hz 미만의 몇(few) Hertz 까지의 주파수 범위로서; 또는 특정 구현에서 약 300 Hz 미만의 주파수 범위로서 정의됨; 아래를 또한 참조함)에서 SUT로서 지칭되는 테스트 중인 재료 샘플에 동적 오실레터리 로딩 힘을 인가하는(즉, 이러한 재료 샘플을 동적 응력에 노출함) 잘 정의된 팁의 특정 기하학적 구성을 갖는 캔틸레버 AFM-프로브를 활용하며, 이는 연질 재료의 유변학에 실질적으로 중요하다. 달리 말하면, 본 발명의 실시예의 사용은 SUT의 나노스케일 동적 복소-값 변형의 측정을 가능하게 한다. 본 개시내용 및 청구항들의 목적들을 위해, "나노스케일"이라는 용어는 서브미크론인 프로브-샘플 접촉(들)의 치수들을 표현하는 데 사용된다.

[0025] [0035] 실시예들은 특히, 복합 재료들 또는 코팅들의 박막들로서 치수화된 SUT들의 나노스케일 동적 응답을 특성화하는 것을 가능하게 한다. 관련 기술과 대조적으로, 측정 방법론은 특히 재료 크리프의 완화를 참작하기 위해 고안된다.

[0026] [0036] 나노스케일 동적 응답의 이렇게 구성된 측정의 부분적인 결과로서, 재료 SUT의 점탄성 저장 및 손실 모듈러스들은 재료 특성들의 거시적(대량) 분석을 위해 구성된 종래의 DMA 방법들을 사용하여 측정된 재료 특성들과의 직접적인 비교를 허용하는 방식으로, 연질 재료들의 유변학적 분석과 특히 관련된 저주파수 범위에서 결정된다. 제시된 방법론은 일반적으로 수 주파수 디케이드들에서(sub-Hertz, 몇 Hertz, 수십 Hertz, 약 100 Hertz 및 몇백 Hertz 이를테면, 300 Hertz까지에서) 측정들을 용이하게 하고 측정들에 특히 유용하다. 예컨대, 구현에 의존하여, 본 발명의 실시예들은 0.001 Hz 내지 1000 Hz, 바람직하게는 0.01 Hz 내지 300 Hz 범위, 더욱 바람직하게는 0.1 Hz 내지 150 Hz 범위, 가장 바람직하게는 0.1 Hz 내지 100 Hz 범위의 주파수들에서 측정들에 대해 동작상 이점들을 제공한다.

[0027] [0037] 당업자는 더 높은 주파수들에서 수행되는 측정 시간에 비해 상대적으로 긴 측정 시간(낮은 sub-Hertz 주파수 범위 결정과 연관된 수행에 요구됨)으로 인해, 시스템의 장기 안정성 및 프로브-샘플 접촉은 여전히 중요하다는 것을 쉽게 인식할 것이다.

[0028] [0038] 측정 시스템의 장기 안정성의 요건들을 충족시키고 저주파수들에서 소프트 샘플의 점탄성의 측정들을 위해, DMA 시스템들의 종래의 실시예들의 사용에 의해 야기되는 문제들을 해결하기 위해, 본 발명의 실시예들은, (예컨대, 상이한 것으로 당 업계에 알려진 나노인덴터-유사 시스템과 대조적으로) 원자력 현미경 및 관련 기술을 사용하고 다음의 기술적 특징들의 조합으로 인해 일 세트의 미리 정의된 주파수들(이 세트는 적

어도 하나 및 바람직하게는, 다수의 주파수들을 포함하도록 정의됨)에서 긴 측정 시간들(초 내지 수 분들)에 걸쳐 특히 AFM-nDMA 측정들을 수행하도록 신중하게 구성된다:

- [0029] [0039] 힘 세트포인트 변조 방법론의 사용 - 이 방법론에 따르면, 본 발명의 AFM-nDMA 시스템은, 열 드리프트 및 재료 크리프의 존재와 관계없이 그리고 존재에도 불구하고 - 이러한 드리프트 및/또는 크리프가 측정 동안 발생할 때, 동작 시에, (i) SUT 상에 가해지는 특정 레벨의 사전 로딩 힘 및 (ii) 실질적으로 일정한 치수(들) (일 경우에 - 변하지 않는 치수들)를 갖도록 유지되는 프로브-샘플 접촉 중 적어도 하나를 유지하도록 구성된다.
- [0030] [0040] 일 구현에서, 이러한 동작 특성은 (주어진 여기 주파수에서) 프로브에 의해 샘플에 가해지는 힘을 변조 하면서, 동시에 힘의 AC 컴포넌트에 의해 야기된 프로브의 오실레이션을 유지하여 동적 측정을 가능하게 하고 (프로브를 사용한 전자 회로에 의한 피드백을 통해) 이러한 힘의 DC 컴포넌트를 실질적으로 일정한 레벨로 유지함으로써 달성된다. 이는 AFM의 프로브와 테스트 중인 샘플 사이의 변위의 변조를 사용하는 관련 AFM-기반 기술과는 대조적으로 실시된다.
- [0031] [0041] AFM-기반 이중-채널 복조 방식의 사용 - 이는 데이터-획득 전자 회로의 2개의 측정 채널들(줄여서, Z-센서 및 편향 센서로서 지칭됨)로부터 획득된 데이터/정보를 결합하고, 여기력(excitation force) 및 SUT의 결과적인 변형 둘 모두의 동시성 및 즉각적인 측정들을 허용하도록 측정 서브-시스템으로서 구성됨. 이는 당 업계의 유일한 단일 측정 채널의 잘-설정된 활용과 반대로 행해진다. (당업자에 의해 쉽게 인식될 바와 같이, 종래 기술의 단일의 유일한 측정 채널은 시스템의 지속적인 사용이 시스템의 반복적인 교정을 요구하도록 구성됨).
- [0032] [0042] 본 발명의 실시예의 Z-채널은 팁과 SUT 사이의 상호작용을 표현하는 신호의 진폭 및 위상 둘 모두에 대한 정보를 추출하기 위해, 프로브의 베이스와 SUT 사이의 분리를 측정하도록 구성된다. (프로브의 베이스는 팁을 운반하거나 보유하는 단부에 대항하는 프로브의 단부에 대응하고; 프로브의 베이스는 통상적으로 AFM 프로브 홀더 장치(contraption)에 부착됨). 따라서, 이중-채널 방식의 사용은 실시예가, 잠재적으로 긴 측정 시간 동안 여기력의 진폭 및 위상의 교정을 최신 상태로 유지하는 데 의존하지 않는 것(그리고, 동작 시에, 이로부터 자유로운 것)을 가능하게 한다.
- [0033] [0043] 통상적인 편향 센서는 광 빔을 전달하고 이 광 빔을 프로브 레버의 상부 표면에 포커싱하고 그 후 빔을 4-사분면 광 검출기를 향해 반사시키도록 구성된 레이저 소스를 사용과 함께 실현된다. 프로브의 캔틸레버 결과들의 편향의 변화는 광검출기 상의 반사된 빔의 포지션의 변화 및 반사된 레이저 빔의 각도 변화로 변환된다. 당 업계에 알려진 바와 같이, 4-사분면 광검출기 회로로부터의 신중하게 정의된 차이 전자 신호가 증폭되고 프로브의 수직 편향을 표현하는 신호로서 역할을 한다. 적절한 교정을 통해, 편향 신호는 나노-뉴턴 스케일로 프로브에 의해 가해지는 힘 또는 나노미터 스케일 편향을 검출하는 데 사용될 수 있다.
- [0034] [0044] 따라서, 본 발명의 실시예는, 이중채널 복조를 수행하는 단계가 측정하는 단계 동안, 시스템의 전자 회로의 제1 센서 및 시스템의 전자 회로의 제2 센서로부터 각각 수신된 제1 및 제2 데이터를 결합하는 단계를 포함하는 방법을 포함한다. 여기서, 제1 데이터는 표면에 대한 프로브의 포지션을 표현하고 제2 데이터는 공칭(편향되지 않은, 영향받지 않은) 배향으로부터 프로브의 캔틸레버의 편향의 정도를 표현한다. (예컨대, 보다 일반적으로, Z-센서 채널이 - 이를테면, 샘플 액추에이터 여기의 경우에 - 사용되지 않거나 사용 불가능한 경우, 경질-표면 교정 샘플에 대해 제1 채널을 통한 교정을 사용함으로써 누락 채널이 보상된다는 것이 이해됨. 이러한 교정은 사파이어의 샘플 상에서 편향을 측정하고 Z 센서가 사용 불가능한 것으로 판명되는 경우, 추후에 타겟 샘플 상에서 Z 진폭 및 위상으로서 결과들을 사용함으로써 제공될 수 있음).
- [0035] [0045] "소프트웨어 로크-인" 방법론의 사용(이는 이중-채널 측정 서브-시스템으로부터 수신된 신호들의 복조를 구현하기 위한 것임). 여기서, 신호 트레이스(온라인 또는 오프라인 프로세싱을 위해 버퍼링 또는 레코딩됨)는 적어도 하나의 채널들로부터 수신된 신호 데이터의 변화들을 보상하도록 로크-인 유사 방식으로 단일 또는 다수의 주파수들에서 이러한 신호의 "로크-인 유사" 복조와 드리프트/크리프 보정 및/또는 감산의 단계를 결합하는 알고리즘으로 프로세싱된다.
- [0036] [0046] 하드웨어 로크-인은 유연하지 않은 직설적인 프로세싱을 수행하는 것으로 알려졌다. 다른 한편으로, 본 발명의 아이디어에 따르면, 디지털로 저장되거나 버퍼링된 신호를 사용하여, 보다 정교한 알고리즘이 실행될 수 있으며: 일 예에서, 이동 평균 필터로 추정된 드리프트 추세선은 로크-인 복조 기능을 위해 오실레이터리 컴포넌트만 남도록 저장 또는 버퍼링된 신호로부터 감산된다. 그 결과, 드리프트/크리프에 의해 로크-인 진폭(및/



또는 특히, 위상)에 도입된 에러가 극적으로 감소된다.

- [0037] [0047] 이러한 복조는, 재료의 드리프트 또는 크리프 보정을 허용하지 않는(그리하여 여기력에 대한 진폭 및 위상 값들 각각을 결정하는데 있어 불가피한 에러들을 야기하며, 이 에러들은 재료 드리프트 주파수의 범위와 실질적으로 동일한 주파수 스케일에서 특히 중요함) 하드웨어 로크-인 및/또는 푸리에-변환-기반(FFT/DFT) 스펙트럼 분석의 관련 기술에서의 사용과 대조적으로 구현된다. 본 발명의 일 실시예가 (힘 세트포인트 변조 셋-업의 일 구현에 따라) 단일 여기 주파수에서 동작하지만, 제안된 알고리즘은 - 필요한 경우 - 다수의 여기 주파수들에서 이러한 신호의 동시성 복조 프로세스를 용이하게 하고(가능하게 하고, 허용하고), 그리하여 병렬 프로세싱 이점을 제공하고 전체 측정 시간을 감소시킨다. 예컨대, 경험적으로 검증되었던 바와 같이, 2개의 주파수들(0.1 Hz 및 0.18 Hz, 20 사이클)에서 동시성 복조의 경우에, 전체 측정 시간이 약 36 % 만큼 감소되었고; 5개의 주파수들에서의 동시성 복조의 경우에는 약 51 %만큼 감소되었다.
- [0038] [0048] 선택적으로, 실시에는 부가적으로, 재료 크리프 또는 접착 크리프로 인한 프로브의 팁과 샘플 사이의 접촉 영역의 변화를 보정하기 위해 기준 주파수에서 시스템의 동작을 지속적으로 모니터링하도록 구성된 전자 회로를 사용할 수 있다. 여기서, 이러한 모니터링을 구현하기 위해, 미리 선택된 기준 주파수에서의 프로브의 여기는 다른 측정(여기) 주파수들에서의 프로브의 여기와 지속적으로 혼합되거나 인터리빙되거나 보완되고, 따라서, 기준 주파수에서 프로브-샘플 접촉의 동적 강성은 실질적으로 이러한 다른 여기 주파수들에서 수행되는 다른 측정들 동안에 그리고 이와 병렬로 지속적으로 측정될 수 있다.
- [0039] [0049] (기준 주파수에서 결정된) 동적 강성의 변화들로부터, 접촉의 영역/크기의 상대적 변화가 그 후 추론되고, 대응하는 보정이 그 후 다른 여기 주파수들(재료의 드리프트/크리프가 실제로 보다 두드러질 수 있는 더 낮은 주파수들에서의 측정들을 포함함)에서 AFM-nDMA 측정들에 적용된다.
- [0040] [0050] 대안적인 AFM-기반 실시예로서, 기준 주파수에서 지속적인 모니터링 대신에, "인터리빙된" (시간적으로 이격된) 기준 주파수 측정이 사용될 수 있다(즉, 기준 주파수 세그먼트들이 다른 주파수 측정들 사이에 인터리빙될 수 있음). 본 개시내용 및 첨부된 청구항들의 목적들을 위해 정의된 바와 같이, 측정들의 제1 및 제2 프로세스들(예컨대, 프로세스들 A 및 B)이 서로 인터리빙될 때, 이러한 2개의 프로세스들은, A 및 B 둘 모두가 여러 번 존재하는 실질적으로 임의의 연속적인 시퀀스 이룰데면, ABABAB..., AABABBBA..., ABABBABABA ...등을 형성하도록, 일반적인 방식(반드시 정규적으로 교호할 필요는 없음)으로 수행되도록 배열된다.
- [0041] [0051] 특히, 사실상 힘 피드백을 통해 접촉 영역이 거의 변하지 않은 재료(실질적으로 일정하게) 유지될 수 있는 힘 세트포인트 변조 구현과 함께, 설명된 기준 주파수 모니터링 기반 보정은 통상적으로 요구되지 않을 수 있다(그러나 선택적으로 요구되는 것이 가능함). 일부 특정 경우들에서 - 예컨대, 재료 크리프/재료의 흐름이 실질적으로 상당할 때(예컨대, 가교 체인(cross-linked chain)들을 결여한 폴리머들의 측정의 경우에), 제안된 기준 주파수 기반 보정은 힘 세트포인트 변조에 추가로 유익하게 구현될 수 있다.
- [0042] [0052] 재료의 초기 크리프는 프로브로 샘플을 사전로딩한 직후 - 예컨대, 인덴테이션 사이클(indentation cycle)의 초기 로딩 단계 동안 - 점탄성 재료가 단계-함수-유사 로드(step-function-like load)에 대한 응답으로 완화를 나타내기 때문에 - 발생한다는 것이 당 업계에서 인식된다. 여기서, 주의(note)가 필요하다. 당업자는 드리프트를 완전히 회피하도록 선택할 수는 없지만 드리프트가 동작상 상당하지 않은 시간 스케일을 선택하는 포지션에 있다. (그리고, AFM 관련 기술 조사들 중 일부는 그렇게 행하는 데 있어, 더 높은 주파수들에서의 측정들로 그의 기술을 제한했음. 즉, 상이한 더 높은 주파수들에서의 측정을 수행함으로써 저주파수 드리프트가 소외되었음). 당업자는 본 발명의 아이디어의 구현이 동작상 이점들을 제공하는 주파수 범위에 대응하는 시간-스케일로, 재료 완화(크리프) 및 드리프트가 회피될 수 없고 처리되어야 한다는 것을 쉽게 인지할 것이다. (아래에서 논의되는 기준 주파수 기술 및/또는 이중-채널 복조 접근법을 사용하는 실시예들은 저주파수 범위에서의 드리프트로부터 크리프의 분리를 성공적으로 해결함).
- [0043] [0053] 따라서, 본 발명의 실시예들은 초기 크리프의 존재에 의해 야기되는 문제들을 해결하고 사전로드 인가 단계 하에서 재료의 완화를 허용하기 위해 AFM-nDMA 시스템의 동작 단계로서, (예컨대, 특정 구현에 의존하여, 약 10초의 지속기간 또는 약 20초의 지속기간, 또는 약 30초의 지속기간의) 대기 기간 또는 시간 세그먼트를 명시적으로 포함함으로써 저주파수들에서 재료의 점탄성 특성들의 전체 측정의 정확성을 개선하며, 이는 AFM-nDMA가 여기 및 측정 단계들의 액션들을 수행하는 단계들보다 선행한다. 본 발명의 실시예들은 유연한 램프-스크립팅(Ramp-Scripting) 방법론을 사용하여 이러한 초기 완화 "대기 세그먼트"를 끊임없이(seamlessly) 할당하며, 이는 실제로는 유일한 단일 주파수에서의 또는 병렬로 다수의 혼합 주파수들에서의 nDMA 측정 단계가 뒤따를 수 있다.

- [0044] [0054] 본 발명은 고전적인 거시적 벌크 DMA 접근법을 1 마이크로미터 보다 훨씬 낮은 공간 스케일로 확장하도록 구성된 AFM-기반 나노스케일 DMA(AFM-nDMA) 방법을 제공한다. nanoDMA™는 계측된 나노인텐터 (AFM-기반이 아닌) 플랫폼(Bruker-Hysitron) 상의 점탄성-특성 측정 기술의 상표란 것에 주의한다. 따라서, 본 발명 및 본 개시내용의 일반적인 범위는 AFM 플랫폼 상에서 특별히 구현된 나노(-스케일) DMA이며, 이는 나노인텐터 기기를 사용하여 구현되고 나노인텐터 기기와 함께 사용되는 기술에 특유한, 위에서 언급된 상표 "nanoDMA" 기술 명칭과의 혼동을 회피하기 위해 "AFM-nDMA"로서 추가로 지칭될 것이다.
- [0045] **AFM-nDMA 하드웨어 및 측정 방법론들의 예들.**
- [0046] [0055] AFM-nDMA 시스템의 실시예들.
- [0047] [0056] 일반적으로, 나노스케일 동적 기계 분석(Nanoscale Dynamic Mechanical Analysis)은 공진-프리(resonance-free) "플랫 드라이브(flat drive)" 기계적 여기를 요구하며, 이는 주파수 범위의 상부 kHz 단부에서 달성하기가 난제일 수 있다. 본 발명의 실시예들은 높은 고유(natural) 공진 주파수를 갖는 특수하게 설계된 샘플 액추에이터를 사용함으로써 이 난제에 접근한다. 또한, 본 발명은 액추에이터의 공진 특성들에 크게 영향을 미치지 않는 특수한 샘플 장착 방식을 사용하며, AFM 시스템을 통한 인-시추(in-situ) 측정에 의해 액추에이터의 진폭 및 위상 응답의 교정을 또한 허용한다. 프로브-홀더 액추에이터를 사용하는 다른 설계들과 대조적으로, 이 샘플 액추에이터는 AFM 스캐너의 공진들을 여기하거나 "백-드라이브"하지 않는다. 전기력 또는 자기력 또는 광열 드라이브에 기초한 다른 설계들과 대조적으로, 본 발명은 종래의 AFM 프로브들을 사용할 수 있고 특수 (드라이브) 레버들을 갖는 AFM 프로브들을 요구하지 않는다.
- [0048] [0057] AFM-nDMA 시스템의 구현은 위에서 식별된 목표들을 달성하도록 신중하게 수정/변형/보강된 AFM 기구를 포함한다.
- [0049] [0058] 일반적으로, AFM-nDMA 장치(및 SUT의 특성화의 연관된 방법)는 페루프 스캐너를 갖는 AFM 플랫폼에 기초한다. AFM 스캐너(스캐너 헤드 또는 AFM 헤드로서 상호 교환 가능하게 지칭됨)는 AFM 프로브에 대해 샘플을 포지셔닝 및 스캔하도록 구성된 샘플-스캐너 또는 액추에이터 및/또는 샘플에 대해 프로브 팁을 가진 AFM 프로브를 포지셔닝 및 스캔하도록 적절히 프로그래밍된 피에조-기반 액추에이터(3개의 직교 동작 축 즉, x-축, y-축 및 z-축을 가짐)를 사용한다. 프로브는 샘플 평면(예컨대, x-y 평면)에 포지셔닝되거나 스캔될 수 있는 반면, 프로브와 샘플 사이의 (z-축을 따른) 분리 거리는 전용 전자 회로로 유지된다. 스캐너는 샘플 표면에서 또는 샘플 표면 상에서 홀드 기간(홀드 시간)을 두고 인텐테이션 z-램프("Ramp & Hold")를 수행하도록 구성되며, 여기서 미리 결정된 레벨의 로딩 힘(트리거 힘, 사전로드 힘 또는 인텐테이션 힘으로서 상호 교환 가능하게 지칭됨)은 홀드 기간이 시작할 때까지 도달된다. 팁-샘플간 상호작용 힘은 AFM 프로브의 레버의 (수직) 편향에 의해 결정되며, 이는 광학 수단에 의해 추적되고 4-사분면 광-검출기 상에서 감지된다. 선택적으로, 동작 시에 프로브 레버의 측방향(예컨대, 수평) 편향을 등록(register)하는 검출기 채널은 프로브 팁의 롤링 또는 슬라이딩에 관한 정보를 제공하도록 구성된다. (이러한 검출기 채널은 "마찰" 채널로서 지칭될 수 있음).
- [0050] [0059] 구조적으로, AFM 프로브는 나노스케일-크기 팁(명목상 [nm]로 치수가 정해지는 팁 반경을 가지며, 그의 형상은 통상적으로 원뿔 및 구의 조합에 의해 근사됨)을 갖는, 스프링 상수 또는 강성 k에 의해 특징화되는(그리고, 예컨대, N/m(Newton per meter)로 측정되는) 가요성 레버 부재(또는 줄여서, 레버)를 포함한다. 레버는 당 업계에 알려진 다양한 유형들의 프로브-홀더에 스프링-클립핑(spring-clipped)되거나 또는 다른 방식으로 부착될 수 있는 (몇 mm 크기의) 기관 "침"에 부착된다. 프로브 홀더는 차례로, (예컨대, 여러 리프-스프링 소켓들 및 금속 핀들을 함께 포함하는 부착 부재를 통해) AFM 헤드의 XYZ 스캐너 디바이스에 부착되도록 치수가 정해진다.
- [0051] [0060] 일 구현에서, AFM 기구는, 바람직하게는 기구의 동작 동안 실시간 제어 및 디지털 피드백을 설정 및 유지하도록 구성된 FPGA(Field Programmable Gate Array) 및 DSP(digital signal processor)를 포함하는 특수 (프로그래밍 가능) 제어기 회로에 동작 가능하게 연결되고; 컴퓨터 프로세서는 애플리케이션 코드를 실행하고 AFM 제어기 회로와 통신한다.
- [0052] [0061] 예컨대, 도 1에 개략적으로 예시된 바와 같이, 실시예(100)는 원자력 현미경(atomic-force microscope; AFM, 동작 시에 SUT(108)의 표면 위에 배치되는 팁(104A)과 프로브(104)의 조합으로서 단순화된 버전으로 도시됨)을 포함한다. 가요성 프로브(104)의 순간 포지션 및/또는 (팁(104A)과 SUT(108) 사이의 상호작용의 결과로서) 기준 포지션으로부터의 그의 편차는, (a) 프로브(104)의 표면으로부터 레이저 소스(114)(일반적으로 가시광을 생성하도록 구성됨)로부터의 빔(110)의 반사에서 이러한 빔의 편차에 기초하여 평가되고, (b)

그렇게 반사된 빔(110)이 포지션-민감성 검출기(118)에 의해 수신된 후에 레코딩된다. (관련 기술에 알려진 바와 같이, 프로브의 포지션 결정의 다른 구현들이 구현될 수 있음).

[0053] [0062] AFM 제어기 전자 회로 시스템(122)에는 특정 유형(들)의 여기 신호가 AFM 피드백 전자 회로(130)(힘 세트포인트 변조 체제에서 시스템(100)의 동작을 관리하도록 구성됨)에 그리고/또는 Z-스캐너 변조 프로그래밍 가능 전자 회로 모듈(134)(시스템(100)의 동작 동안, 샘플(108)의 표면에 수직인 방향을 따라 Z-리포지셔너(repositioner)(144)를 사용하여 샘플(108)의 포지션 및/또는 Z-리포지셔너(140)를 사용하여 프로브(104)의 포지션을 변경 및/또는 변조하도록 구성됨)에 전달될 수 있게 하는 특수 제어 모듈이 장착된다. 특정 여기 신호(들) 중에는, 적어도 저주파수 여기 신호, 다중-(일 실시예에서, 이중-) 주파수 여기 신호 및 혼합 주파수 정현파 여기 신호(전자 블록들(126A, 126B 및 126C)의 전자 회로들에 의해 각각 생성됨)가 존재한다. DDS : Direct Digital Synthesizer(관련 기술에 알려진 바와 같이, 디지털로 구현된 파형 생성기의 특정 형태). 샘플(108)의 표면에 수직인 방향(보여진 바와 같이, Z-축)을 따라 샘플(108) 또는 프로브(104) 중 어느 하나 또는 둘 모두의 포지션을 변조하고 그리고/또는 포지션을 변경하는 프로세스는 일반적으로 본원에서 "Z-변조"로서 지칭된다. 리포지셔너들의 예들은 관련 기술에서 알려진 전자-제어 마이크로- 및 서브-마이크로-스테핑 포지셔닝 장비를 포함한다.

[0054] [0063] 여기서,

[0055] [0064] - Z-스캐너 모듈(134)에 의해 제공되는 저주파수 여기의 경우에, 시스템(100) 동작 동안 프로브 및/또는 샘플의 움직임의 여기 주파수는 sub-Hz 주파수 내지 수백 Hz이다(구체적으로, 0.001 Hz 내지 1,000 Hz; 바람직하게는 0.01 Hz 내지 300 Hz, 및 더욱 더 바람직하게는 0.1 Hz 내지 150 Hz).

[0056] [0065] - 이중 주파수 여기의 경우에, 리포지셔너(140, 144)들 중 적어도 하나로 Z-스캐너 모듈(134)에 의해 제공되는 신호는 저주파수 신호와 미리 결정된 기준 주파수(저주파수보다 높을 수 있음)의 신호를 결합한 혼합파 신호를 포함한다.

[0057] [0066] - 혼합 주파수 여기의 경우에, 모듈(134)은 개개의 대응하는 고유한 주파수(distinct frequency)들, 진폭들 및 (선택적으로) 위상 관계들을 갖는 여러(바람직하게는, 10개 이상의) 정현파들을 서로 결합하는 구동 신호를 생성하도록 구성된다. 혼합 주파수 여기의 개별 정현파 컴포넌트들의 선택된 다수의 주파수들은 모두 합하여, 주파수 범위에서 하나 또는 심지어 여러 디케이드들을 커버할 수 있다. 표 1, 도 2 및 도 7a, 도 7b에 요약된 정보는 본 발명의 실시예의 프로브의 이러한 혼합 주파수 여기에 대한 예시들을 제공한다.

[0058] [0067]

표 1

컴포넌트 #	1	2	3	4	5	6	7	8	9	SUM
$\log F$ [logHz]	0	0.30103	0.477121	0.60206	0.69897	0.778151	0.845098	0.90309	0.954243	MIX
$\sqrt{F}$ [Hz]	1	2	3	4	5	6	7	8	9	MIX
$\backslash \text{MaxVal}$	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	3.9
$\backslash \text{MinVal}$	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-4.0
$\backslash \text{Phase [deg]}$	0.0	-80.0	0.0	80.0	0.0	180.0	0.0	-10.0	0.0	MIX
$t/s$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	SUM

[0059]

[0060] [0068]

표 2

컴포넌트 #	1	2	3	4	5	6	7	8	9	SUM
$\log F$ [logHz]	0	0.30103	0.477121	0.60206	0.69897	0.778151	0.845098	0.90309	0.954243	MIX
$\sqrt{F}$ [Hz]	1	2	3	4	5	6	7	8	9	MIX
$\backslash \text{MaxVal}$	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	6.9
$\backslash \text{MinVal}$	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-6.9
$t/s$ \	1	2	3	4	5	6	7	8	9	SUM

[0061]

- [0062] [0069] 일 예에서(표 1 및 도 7a 참조), 프로브는 9개의 주파수 컴포넌트들을 결합한 전기 신호로 구동되며, 그 중 컴포넌트 #1은 기본 고조파로 간주되고 나머지 컴포넌트들의 주파수들은 컴포넌트 #1의 주파수의 고조파들이다. 주파수 컴포넌트들 각각의 진폭은 -1 내지 +1로 다양하게 선택된다. 부가적으로, (특정된 바와 같은) 위상-시프트는 프로브를 구동하는 신호의 항목별 컴포넌트들 사이에 도입된다. 도 7a는, - 점선들로 - 이들 주파수 컴포넌트들에서 구동 서브-신호들 각각을 표현하는 9개의 플롯들(704) 및 - 실선(710)으로 - 프로브를 변위시키기 위해 프로브에 인가된 결과적인 어그리게이트 여기력(또는, 유사하게, 전체 시스템의 전자 회로에 의해 프로브에 전달되는 결과적인 어그리게이트 변위 신호)을 도시한다.
- [0063] [0070] 비교를 위해, 표 2 및 도 7b는 (표 2의 컴포넌트 #1의) 선택된 기본 주파수의 고조파들을 표현하는 9개의 신호들의 혼합물로 프로브가 구동될 때의 상황을 예시하지만, 이러한 고조파 신호들은 어떠한 미리 결정된 위상 시프트 없이 - 사실상, 동일한 위상으로 프로브에 동시에 인가된다. 도 7b는 고조파 컴포넌트들을 표현하는 9개의 플롯들(714)을 (점선들로) 도시하는 반면, 곡선(720)은 프로브의 팁에 인가된 결과적인 여기력을 도시한다.
- [0064] [0071] 특수 전자 회로 제어 모듈(122)은 일반적으로, 일 실시예에서, 예컨대, FPGA(Field Programmable Gate Array) 및 DSP(Digital Signal Processor)를 사용을 통해 기존의 유연한 AFM 제어에 기초하여 펌웨어로 구현될 수 있다. 또한, (바람직하게는 약 100 Hz 내지 100 kHz의 범위의 주파수에서) 프로브 Z-리포지셔너(140) 및 샘플 Z-리포지셔너(144) 중 적어도 하나의 동작을 관리하도록 (라인들(140A, 144A)에 의해 도시된 바와 같이) 제공되는 여기 신호는 또한, 라인(148A)에 의해 도시된 바와 같이 특수 "고주파수" 샘플 액추에이터/샘플 히터(148)로 AFM-nDMA 제어 모듈(122)에 의해 라우팅될 수 있다.
- [0065] [0072] AFM 디지털 피드백 전자 모듈(122)(일 실시예에서, DSP, FPGA 또는 이 둘의 조합으로 실현됨)은 PID(Proportional Integral Derivative) 또는 PI(Proportional Integral) 전자 회로 제어기를 사용하여 구성될 수 있으며, 이는 동작 시에, (140 또는 144로서 도시된) Z-센서로부터의 신호 또는 (150으로서 도시된) 편향 신호를 입력으로서 수신하고 입력과 세트포인트 간의 차이(에러 신호)를 최소화할 목적으로 Z-스캐너의 포지셔닝에 대해 제어 출력을 생성한다. (세트포인트는 피드백 루프에서 제어되는 신호의 원하는 값으로 이해됨). 예컨대, 편향 신호가 입력인 경우에, AFM은 선택된 레벨에서 로딩 힘을 홀드/유지하고; Z-센서로부터의 신호가 입력인 경우에, AFM은 Z-포지션을 홀드/유지한다. AC 신호가 세트포인트로 혼합될 때(세트포인트 변조로서 지칭되는 상황), AFM 디지털 피드백은 예컨대, 힘 세트포인트 변조 체제에서 세트포인트의 DC 및 AC 부분들 둘 모두를 표현하는 신호를 따를 것이다.
- [0066] [0073] 신호 라우팅 제어 전자 회로(160)는 다양한 AFM 제어 방식들 및/또는 동작 모드들: 예컨대, 힘 세트포인트 변조, z-세트포인트 변조 및 z-변조를 실현하도록 의도된 출력들 및 신호 입력들을 관리하도록 구성된 디지털-제어 멀티플렉서를 포함한다. 시스템의 동작에서, 이 모듈(160)은 입력 신호, 세트포인트 신호, 세트포인트 변조 신호를 AFM 디지털 피드백 모듈(130)에 연결하고, 또한, 획득 및 로크-인 프로세싱을 위해 적절한 DDS(Direct Digital Synthesizer - 오실레이터 과형의 생성기)(126A, 126B 및/또는 126C)로부터의 파형 및 입력 신호들(150, 편향 신호, Z- 또는 높이 센서로부터의 신호, 도 1에 도시되지 않음)을 라우팅한다.
- [0067] [0074] 도 2는 시스템의 동작의 힘 세트포인트 변조 모드를 구현하도록 구성된, 도 1의 실시예(100)의 특정 버전의 단순화된 개략도(100')이다. 여기서, 편향 세트포인트는 AFM 피드백 루프에 의해 제어되는 편향 신호의 원하는 또는 타겟 값을 표현한다. 편향 세트포인트는 변조 컴포넌트(세트포인트 변조)를 포함하며 152로서 표시된다.
- [0068] [0075] 샘플 장착.
- [0069] [0076] 본 발명의 AFM-nDMA 실시예로 측정될 샘플(테스트중인 샘플, SUT, 도 1에서 108로서 도시됨)은 재료의 얇은(~ 몇 미크론 두께) 섹션 또는 슬라이스로서 또는 대안적으로, 극저온-섹션 표면(cryo-sectioned surface)(실질적으로 평평한 블록면 표면)을 가진 벌크 조각(예컨대, 3 mm까지의 두께)으로서 치수가 정해질 수 있다. 본 발명의 아이디어를 구현하기 위해, "실질적으로 평평한"이란 용어는 그의 공간 프로파일이 20 nm를 초과하지 않는, 보다 바람직하게는 10 nm를 초과하지 않는 평균 고저간 차이(peak-to-valley difference)에 의해 특징화되는 표면을 식별한다.
- [0070] [0077] 이러한 실질적으로 평평하거나 실질적으로 평면 표면은 극저온-마이크로톰 섹셔닝(cryo-microtome sectioning)으로, 또는 열경화성 폴리머를 운모 표면에 캐스팅하여, 예컨대, 용해된 폴리머를 샘플의 표면 상에



스핀-캐스팅함으로써 준비될 수 있다. 준비된 샘플 섹션은 (예컨대, 일 경우에, 직경이 약 10 mm 내지 12 mm이고 두께가 1 mm 미만의 사파이어 또는 스테인리스-스틸 디스크와 같은) 선택된 기관 상에 장착되어 샘플-기관 어셈블리를 형성한다. 그 후, 샘플-기관 어셈블리는 자기 부착(magnetic attachment) 또는 열 복합 그리스를 사용하여 히터-쿨러 디바이스에 고정될 수 있다.

[0071] [0078] 온도-의존 측정들을 위한 시스템 구성의 예들.

[0072] [0079] 가변 온도들에서 샘플의 AFM-nDMA 측정들은 일반적으로 샘플 히터/쿨러 디바이스(148로서 도시됨; 단순화를 위해 히터 또는 히터 디바이스로서 상호 교환 가능하게 지칭됨)를 요구할 수 있다는 것이 인지된다. 샘플 영역에서만 열 구배의 고도로 공간적으로-로컬화된/포커싱된 억제물 위해 특별히 설계된 샘플 히터를 활용하는 것이 바람직할 수 있으며, 이 경우에, 전체 열 드리프트를 최소화하기 위해 전체 샘플 및 AFM 스테이지 기계 구조를 가열하는 것이 아니라, 샘플만이 가열된다.

[0073] [0080] 본 발명의 아이디어에 따르면, 이러한 신중하게 설계된 샘플 히터/쿨러 회로는 열 구배의 평형 상태에서 측방향 및 수직 공간 방향들(도 1의 로컬 좌표계를 기준으로 x-, y- 및 z-방향들)에서 낮은 레벨의 열 드리프트 레이트를 달성하도록 구성된다. ("낮은 드리프트 레이트"라는 용어는 측정된 나노스케일 피쳐들의 치수들에 비해 그의 공간 값이 작은, 측정 시간 동안 관찰되는 이러한 드리프트를 정의 및 지칭함. 측방향 드리프트의 값을 결정하기 위해, 측방향 드리프트의 값은 접촉 반경/접촉 크기와 비교될 수 있고, 수직 드리프트의 값은 인텐테이션 깊이/샘플 변형 깊이와 비교될 수 있음). 이러한 실제 결과는 차례로, 공간적으로 분해된 AFM-nDMA 측정의 품질 및/또는 정밀도에 유리하게 영향을 미치는데, 그 이유는 그것이 샘플의 또는 샘플 상의 특별히 타겟팅된 위치들에서 샘플 특성들을 측정하도록 허용하기 때문이다.

[0074] [0081] (당업자는 쿨러/히터의 열 드리프트가 프로브 대 샘플의 상대적 위치의 측방향(XY) 또는 수직(Z) 드리프트에서 나타남을 쉽게 인지할 것임. 드리프트 레이트는 단위 시간 당 위치선 변화로서 측정됨. 측방향 드리프트는 샘플에 대한 프로브의 XY 위치선이 변하는 속도를 표현함. 수직 드리프트 또는 단순히 Z-드리프트는 프로브 대 샘플의 수직 위치선이 얼마나 빠르게 변하는지를 표시할 것임).

[0075] [0082] 샘플 히터 디바이스 외에도, 프로브의 전용 히터(프로브 히터, 154로서 도시됨)가 활용되어 열 구배(최상부 및 하단 히터 플레이트들, 샘플의 양 측들로부터, 하나는 샘플 아래 있고 하나는 샘플 위에 있음)의 로컬화를 용이하게 하고 프로브 레버(104)가 응축 침전물들을 축적하는 것을 방지한다. 따라서, 일 구현에서, 프로브 히터 디바이스(154)는 샘플의 최상부 및 최하부 표면들과 협력하여 배치된 제1 및 제2 히터 플레이트들을 포함할 수 있다.

[0076] [0083] 대안적으로 또는 추가로, (히터(148)의 가열 엘리먼트 내부에 있는 전용 센서에 의해 측정된 히터(148) 세트포인트 및 온도와 관련하여) 샘플-표면 온도의 교정은, 실제로, 샘플 캐리어 상의 샘플(108)의 위치 부근에서 샘플을 기계적으로 지지하고 전달(carrying)하는 샘플 캐리어의 표면에 부착된 작은 열전대(도 1에 도시되지 않음, 일 예에서, 10 mm 직경 사파이어 디스크 또는 스틸 펙(steel puck)으로서 구성됨)의 도움으로 실제로 구현될 수 있다.

[0077] [0084] 비-제한적인 예로서:

[0078] [0085] (예컨대, 실온(RT)으로부터 범위의 상한 - 예컨대, 250℃까지의 범위의) 온도의 함수로서 재료의 점탄성 특성들을 측정하기 위해, AFM-nDMA 시스템의 실시예(100)에는, X-, Y- 및 Z-방향들에서 홀더(148)의 기준 표면의 낮은 열 드리프트(2nm/분 이하 정도)를 보장하도록 설계된 전자 회로를 포함하는 샘플 히터 홀더/샘플 액추에이터(148)가 선택적으로 장착될 수 있다. 이러한 샘플 히터 홀더가 사용될 때, 샘플(108)은 기준 표면과 협력하고, 홀더(148)의 히터의 온도는 프로그래밍 가능 온도 세트포인트 및 피드백(예컨대, PID-피드백 또는 비례 적분 미분(Proportional Integral Derivative) 제어기/피드백)을 설정하는 열 제어기(예시의 단순화를 위해 도시되지 않음)로 제어된다. 신중하게 고안된 전자 가열 회로가 장착된 이러한 샘플 홀더의 사용은, 특정 폴리머 재료들의 유리 트랜지션(유리 트랜지션 온도(Tg)는 예컨대, RT 내지 250 ℃의 히터의 온도 공간 내에 속함)을 통해 걸쳐있는 온도들의 범위의 실질적으로 임의의 미리 결정된 온도에서 샘플(108)의 점탄성 특성들의 측정을 용이하게 한다. 예컨대, 약 105 ℃의 유리 트랜지션 온도를 갖는 폴리-메틸 메타크릴레이트(PMMA) 재료에 대해, 바람직한 미리 결정된 온도는 (약 25 ℃의) 실온 내지 약 140 ℃ 내지 150 ℃의 상한의 범위 내에 있을 것이다.

[0079] [0086] 바람직하게는, 시스템(100)에는 또한 프로브-샘플의 공간에서 낮은 열 구배를 유지하도록 구성된 최상부 플레이트 히터 또는 프로브 히터(154)가 장착될 수 있다.

- [0080] [0087] 특히, 실온보다 낮은 Tg를 갖는 재료들에 대한 AFM-nDMA 측정들을 구현하기 위해, 냉각에 의해 샘플의 온도를 낮추는 것이 바람직할 수 있다. (이는 -20C 내지 -5C 범위의 유리 트랜지션을 갖는 폴리프로필렌, 약 -20C의 유리 트랜지션 온도를 갖는 폴리비닐에틸렌, 또는 -12C의 유리 트랜지션 온도를 갖는 폴리메틸톨릴실록산의 경우가 그 예임). 히터-쿨러 하드웨어 옵션(상세히 도시되지 않음)은 RT 미만 예컨대, RT 내지 -35°C의 온도 공간을 처리한다.
- [0081] [0088] 위에서 설명된 히터 또는 히터-쿨러 하드웨어와의 동작을 위해, AFM 스캐닝 메커니즘(특정 구현에 의존하여, 샘플의 Z-스캐너(144) 및/또는 AFM 프로브(104)의 Z-스캐너(140) 든지 간에)은, 가열/냉각의 소스로부터 잘 단열되어야 하고 - 그렇지 않으면 스캐너 성능(드리프트, 교정, 역학들 등)이 온도 공간 전반에 걸쳐 다양하고 불리하게 영향을 받을 가능성이 있다. 원하는 단일 효과는 일 경우에, 낮은 열전도율을 갖는 재료로 만들어진 특수 프로브 홀더(예컨대, MACOR, 기계 가공 가능한 세라믹 재료)를 사용하여 달성될 수 있다. 다른 한편으로, 동시에, AFM 팁(104A)은 바람직하게는, 샘플 로컬 냉각 및 열 구배들로부터 레버 표면(들) 상의 응결의 형성, 레버의 열 굽힘을 방지하기 위해, 샘플(108)이 유지되는 온도에 가까운 온도로 유지되어야 한다. (특히, 이러한 두개의 뚜렷한 요건들 및 조건들의 균형을 맞추기 위한 관련 기술의 시스템들이 알려져 있지 않음). 팁(104A)을 샘플(108)의 온도와 실질적으로 동일한 온도로 유지하는 것은 (히터의 경우) 소위 프로브 네스트(probe nest) 아래(즉, 프로브 침이 프로브 홀더에 스프링-클리핑되거나 다른 방식으로 부착되는 프로브의 일부 아래) 히터 엘리먼트(및 선택적으로, 열전대 또는 다른 온도 센서)를 구성하는 프로브 홀더의 팁 히터 하드웨어를 사용하여 달성할 수 있다.
- [0082] [0089] AFM-nDMA 시스템의 실시예에서 히터-쿨러 옵션의 사용은 바람직하게는 부가적으로, 샘플 표면이 수분 흡수로 인해 산화 및 열화되는 것을 방지하기 위해 환경 제어(습도 제어 - RH 및 불활성 대기, 예컨대, 건식 질소 퍼지)를 요구한다. 가장 간단한 경우에서, 이러한 환경 제어는 프로브 홀더에 부착된 가요성 밀봉 슬리브를 사용하여 달성할 수 있으며, 이 슬리브는 낮은 유량의 건식 질소 가스로 퍼지(purge)될 수 있는 절연된 로컬 환경을 생성한다. 대안적으로, (히터-쿨러가 통합된) 특수 밀봉된 LEC(Local Environmental Cell)가 사용될 수 있다.
- [0083] [0090] 실온에서만 측정들을 위해 구성된 샘플 홀더 액추에이터
- [0084] [0091] 위에서 논의된 "히터-쿨러" 하드웨어 옵션이 구현 및 사용될 때, 시스템은 AFM-nDMA-유발 기계적 여기가 팁(104)의 공간적 작동을 통해 전달되는 동안 공간에 고정된 샘플을 정지 상태로 홀딩하도록 구성된다. (이는 AFM Z-스캐너(140) 또는 부가적인 프로브-홀더 피에조 액추에이터를 사용하여 달성됨). 그러나 측정들이 실온에서만 수행되도록 의도될 때, 샘플(108)과 팁(104) 사이의 상호 배향의 기계적 여기 또는 작동은 샘플 홀더의 (고조파, 작은 진폭) 공간 작동을 통해 대안적으로 수행될 수 있다는 것이 인식된다. 따라서, 샘플 홀더 액추에이터(148)와 샘플 Z-스캐너 디바이스(144)의 조합은 넓은 주파수 범위(예컨대, 약 100 Hz에서 약 100 kHz) 내의 적어도 하나의 주파수에서 샘플(108)의 기계적 움직임들을 야기함으로써 동작하도록 신중하게 설계된다. AFM Z-스캐너(140)와 달리, 샘플 홀더 액추에이터(148) 및/또는 샘플 Z-스캐너 디바이스(144)는 통상적으로, 기계적 움직임들의 기계적 진동 진폭 및 위상을 검출하고 그의 판독치를 제공하도록 구성된 연관된 Z-센서를 갖지 않는다. 대신, 주파수의 함수로서 디바이스들(144 및/또는 148)에 의해 제공되는 기계적 움직임의 진폭 및 위상은, AFM 프로브를 경질 기준 샘플과 접촉시키고 프로브의 편향(즉, 이러한 편향의 진폭 및/또는 위상)을 측정함으로써 별도의 부가적인 기준 "교정" 측정에서 교정될 수 있다.
- [0085] [0092] **AFM-nDMA 방법론 : 동작 피쳐들**
- [0086] [0093] 본 발명의 AFM-nDMA 시스템의 실시예는 샘플 표면 상의 (사용자-) 선택된 포인트 위치들에서 점탄성 특성들을 측정하도록 구성된다. (특히, 대부분의 종래의 AFM 양식들과 달리 그리고 그와 대조적으로, 본 발명의 AFM-nDMA 방법론의 실시예는 일반적으로 표면 이미징 기술이 아니지만, 제한된 주파수 범위에서 점탄성 특성들의 "매핑"을 갖는 이미징 모드가 가능함. 실제로 제안된 방법론의 1차 타겟은 포인트 측정들/포인트 분광학(다중-주파수) 애플리케이션들이지만, 단일 선택된 주파수 또는 제한된 수의 선택된 주파수들에서 표면 이미징/매핑에 대해서도 또한 사용될 수 있음).
- [0087] [0094] "램프"(또는 순방향 램프) 동작 모드. 테스트중인 샘플 표면 상의 각각의 포인트 위치에서, AFM 나노 인텐테이션 측정이 수행된다. 여기서, Z 스캐너(140)는 PSD(118)를 사용하여 검출된 바와 같은, 프로브의 캔틸레버 편향에서 특정된 및/또는 미리 결정된 임계 값이 도달될 때까지, 프로브(104)의 팁(104A)이 샘플(108)의 표면을 향하도록(램프 모션) z-축을 따라 공간적으로 확장된다. 캔틸레버 편향의 사전 세팅은 프로브 팁(104A)에 의해 샘플(108) 상에 가해지는 특정 사전로드(수직) 힘(트리거 힘으로서 지칭됨)에 대응하며, 이는

차레로, 시스템(100)이 대응하는 로드 하에서 수요가 많은 샘플 변형을 결정할 수 있게 한다.

- [0088] [0095] - "홀드" 동작 모드. 사전로드 힘 임계치가 도달된 후, Z-램프 활동이 중단/중지되고 프로브(104)는 특정된 시간 지속기간 동안 "홀드"로 유지된다(머무른다). (AFM-nDMA 여기가 있는 경우, 이러한 지속기간은 측정을 위해 선택된 주파수에서 요구 사이클들의 수에 따라 특정됨. 비-제한적인 예로서, 프로브는 200 초 또는 0.1 Hz에서 20 사이클들 동안 홀딩될 수 있음). 이는 AFM-nDMA 변조/여기가 턴 온되는 동작의 세그먼트이다. "홀드" 양식의 여러 변형들이 본 발명의 범위 내에 있다.
- [0089] [0096] - "홀드력(Hold Force)" 동작 모드. 여기서, AFM 피드백 전자 회로는 캔틸레버 편향(캔틸레버에 인가되는 힘)을 특정된 타겟 값에서(일반적으로 사전로드 힘 값에서) 일정하게 유지하는 반면, Z 피에조 엘리먼트의 크리프, 열 드리프트, 로드 하의 재료 크리프는, AFM 피드백 회로로 프로브(104)의 Z 포지션을 조정함으로써 그리고 그의 결과로서 보상된다.
- [0090] [0097] - "홀드 Z 센서" 동작 모드. 이 모드에서, AFM 피드백 회로는 Z-스캐너(140)와 연관된 Z 센서를 사용함으로써 Z-스캐너(140)의 (Z-축을 따른) 기계적 확장을 실질적으로 일정하게 유지한다. Z 피에조 크리프는 동적으로 보상되는 반면, Z 센서 드리프트, 열 드리프트, 재료 크리프는 보상되지 않는다. 이 동작 모드에서, 샘플에 인가되는 힘이 반드시 일정하게 유지될 필요는 없고, 결과적으로 장기가 아닌 시간 기간들 동안 "홀드 Z 센서" 동작 모드의 사용이 바람직하다. (특히, 이 동작 모드는 접착 크리프 또는 접착력 크리프의 경우에 사용될 수 있음. 이러한 경우에, 포지션을 일정하게 홀딩하는 것이 편향/힘을 일정하게 홀딩하는 것보다 더 잘 작동할 수 있으며, 여기서 후자의 경우에, 접착력 크리프는 프로브를 표면으로 "끌어들여(suck in)" 깊은 인텐테이션 구멍을 야기할 수 있음).
- [0091] [0098] - "홀드 Z 드라이브" 동작 모드. 여기서, Z 피에조 고전압은 일정하게 홀딩되는 반면, AFM 피드백 회로 신호는 오프이며; 결과적으로, 어떠한 보상도 제공되지 않고, 이에 따라 이 동작 모드는 바람직하게는, 피에조 크리프를 회피하기 위해 짧은 시간 기간들 동안 사용된다. 이 동작 모드는 상대적으로 높은 주파수(예컨대, 즉, 다른 피드백-기반 동작 모드들이 변조 주파수에서 성능을 파악/추적할 수 없는 체제에 있는 100 Hz를 초과하는 주파수)에서의 빠른 측정들을 위해 의도된다
- [0092] [0099] "후퇴(Retract)"(또는 역방향 램프) 동작 모드. 동작의 "홀드" 세그먼트의 끝에서, 프로브(104)는 샘플(108)의 표면으로부터 후퇴된다. 후퇴 곡선은 PSD(118)와 동작상 협력하는 프로그래밍 가능 프로세서를 사용하여 레코딩된다. 점탄성 재료들에 대해, 후퇴 레이트는 (아래에서 논의되는) JKR 모델 분석의 정확성에 영향을 미칠 수 있는 중요한 파라미터이다.
- [0093] [0100] 당업자는 또한, 제안된 AFM-nDMA 방법론이 종래의 AFM 시스템의 "탭핑" 동작 모드와 혼동될 수 없고 혼동되어선 안 된다는 것을 쉽게 인지할 것이며; 태핑 모드는 상이한 간헐적-접촉 AFM 기술이다. 본 발명의 AFM-nDMA 방식에서, 프로브는, 완전히 접촉하고 실제로 표면을 변형/인텐딩하도록 샘플 표면에 접근시켜지고 그 후 변조 - Z 변위 또는 힘의 오실레이터리 컴포넌트 - 가 턴 온된다. 동작의 홀드 기간의 종료 시에, 프로브가 후퇴되고; 그 후 프로브는 표면의 다른 포인트로 측방향으로 이동/트랜지션되고, 표면의 다른 위치에서 다른 포인트-측정을 수행하는 데 사용할 수 있다.
- [0094] [0101] "힘-거리 곡선(Force -distance curve; FDC)". AFM 힘-거리 곡선들(편향 대 Z 스캐너 확장으로서 또한 알려짐)은 순방향 램프 및 역방향 램프(프로브 후퇴) 동안 레코딩된다. 당업자에 의해 인식될 바와 같이, 힘-거리 곡선은 Z-스캐너(140)가 팁(104A)을 샘플 표면을 향해 이동시키거나(~ 확장 곡선) 팁(104A)을 표면과의 이전 접촉으로부터 멀어지게 이동시킴(~ 후퇴 곡선)에 따라 획득된 편향/힘 신호 대 Z-분리 신호의 플롯 또는 트레이스이다. FDC들은 샘플의 탄성 특성들(이를테면, 감소된 모듈러스 및 영 모듈러스)을 계산하기 위해 그리고 본 발명의 AFM-nDMA 실시예에 대해 더 중요하게는, 팁-샘플 접촉 영역의 크기 또는 "접촉 반경"을 추정하기 위해 접촉 역학 모델(이를테면, Hertzian, Johnson-Kendall-Roberts(JKR), Derjaguin-Muller-Toporov(DMT) 모델들 중 임의의 것에 의해 표현되는 모델)로 분석될 수 있다. (인용문헌으로서, 독자는 예컨대, K. L. Johnson 및 K. Kendall 및 A. D. Roberts, Surface energy and the contact of elastic solids, Proc. R. Soc. Lond. A 324 (1971) 301-313; 또는 Deqaguin, BV 및 Muller, VM 및 Toporov, Y.P., 1975, Effect of contact deformations on the adhesion of particles, Journal of Colloid and Interface Science, 53(2), pp. 314-326를 참조함).
- [0095] [0102] 강한 접촉을 가진 폴리머 재료에 의해 표현되는 샘플의 경우에, JKR 모델은 통상적으로 실험 데이터를 피팅하는데 있어 최상의 결과들을 제공한다. (바람직한 상황에서, 점탄성 재료들 상의 힘-거리 곡선들은 점탄

성 접촉 표면들에 대한 접촉 역학 모델을 이용하여 분석되어야 함). 후퇴 곡선으로부터 계산된 접촉 반경은 홀드 기간의 맨 끝에서의 조건들에만 적용되고, 정확한 정량적 AFM-nDMA 결과들에 필요할 수 있는 전체 홀드 기간 동안의 또는 그 전체 홀드 기간 내의 모든 각각의 순간에 대한 접촉 반경에 관한 정보를 실제로 제공하지 않는다.

[0096] [0103] (팁과 샘플 간의) 접촉 영역은 샘플 크리프로 인해 홀드/측정 시간 동안 변할 수 있다. (미리 선택된 "기준" 주파수에서 측정되는, 프로브와 샘플 간의 접촉의) 동적 강성은 접촉 반경에 비례한다. 시스템이 전체 홀드/측정 시간 동안 이러한 동적 강성을 (연속적으로 또는 주요 측정 방식과 "인터리빙된" 방식으로) 모니터링 하도록 구성되는 경우, 접촉 반경의 상대적 변화의 결정이 측정 동안 수행될 수 있다. 접촉 반경은 힘-거리 인텐테이션 곡선(Ramp)으로부터 홀드 기간 이후 또는 이전에 결정되고; 그 후 접촉 반경의 이러한 보정은 홀드 기간의 각각의 특정 순간에 적용된다.

[0097] [0104] "온도 단계". 램프-앤-홀드(ramp-and-hold) 기반 측정들은 기구-샘플-히터의 시스템에서 열 평형에 도달된 후 실질적으로 일정한 온도에서 본 발명의 AFM-nDMA 실시예를 사용하여 수행된다. 한편, 온도의 함수로서 AFM-nDMA 측정들은, (특정 온도 프로그램에 따라) 온도 세트포인트들/단계들의 리스트를 순차적으로 검토하고 그 온도 포인트에서 AFM-nDMA 램프-앤-홀드 포인트 측정들을 수행하기 전에 각각의 온도 세트포인트에서 열 평형에 도달하기를 기다림으로써 수행된다. 램프-앤-홀드 측정들이 시작될 수 있기 전에 도달된 열 평형의 정도는 예컨대, 대기하고 피크-포스 탭핑(Peak-Force Tapping) AFM 모드에서 표면 상에서 "제로-크기" 스캔들을 수행하면서(그리고 선택적으로, 비-제로-크기 스캔들을 수행하고 DMT-모듈러스 또는 접촉 또는 변형과 같은 재료 특성의 맵에서 지형적 피치 또는 경계 피치를 추적함으로써 XY 드리프트를 평가하면서), 원하는(낮은) 드리프트 레이트 수치가 도달될 때까지 Z 방향에서 열 드리프트의 레이트를 측정함으로써 평가될 수 있다.

[0098] [0105] 열 평형을 기다리고 표면 상의 AFM 피드백 루프에 머무르는 동안, Z 스캐너(140)는 열 드리프트 및 재료 열 팽창/수축/흐름으로 인해 Z 피에조의 확장 또는 수축의 한계에 도달할 수 있다. 따라서, 스캐너의 Z 포지션이 피에조의 동적 범위의 중심에서 유지되도록 Z 결합 모터를 위 또는 아래로 스텝핑(steping)함으로써 Z 스캐너를 지속적으로 재차 중심에 두게 하는 것이 바람직하다.

[0099] [0106] 도 3a, 도 3b 및 도 3c는 힘 세트포인트 변조를 위한 신호 트레이스들의 예들을 제공한다. 여기에서, 힘 세트포인트 변조 동작 모드에서, AFM 피드백 전자 모듈은 세트포인트의 정적("DC") 및 동적 오실레이터리("AC") 컴포넌트 둘 모두를 추적한다. (도 1의 시스템(100)의 AFM 피드백 제어 전자 회로(130)에 의해 제공되고 도 3a에 도시된) 에러 신호 트레이스는 고주파수 노이즈 및 매우 작은 잔류 오실레이터리(AC) 에러(이 데이터 예는 5.6Hz의 변조 주파수에서 획득되었음)를 소유하고 나머지는 높은 레벨의 노이즈를 소유한다. 이러한 결과들은 AFM 피드백 회로(130)가 오실레이터리 세트포인트 컴포넌트를 추적하고 프로브(104)에 의해 샘플(108) 상에 가해지는 로딩 힘의 변조를 제공한다는 것을 예시한다(이는 "힘 세트포인트 변조" 동작 모드를 구성함). 도 3b의 실제 수직 편향 트레이스는 오실레이터리(AC) 컴포넌트 - 즉, 힘 변조(여기서, 프로브에 의해 샘플 상에 가해지는 수직 힘은 레버의 수직 편향에 레버의 스프링 상수를 곱한 값과 동일함)를 도시한다. Z-센서 또는 "높이" 신호 트레이스는 도 3c에 도시된다. 여기서, 트레이스 라인의 전체적인 하향 기울기는 시스템의 열 드리프트 및/또는 샘플 재료의 점탄성 크리프로 기인할 수 있다(소프트웨어 로크-인 프로세싱 방법에서 설명된 드리프트 보정 기술은 신호의 진폭 및 위상 측정의 정확도에 대한 이러한 기울기/추세의 해로운 영향을 완화시키는 데 유용함).

[0100] [0107] 도 3d, 도 3e 및 도 3f에 제시된 데이터는 도 3a, 도 3b 및 도 3c의 데이터와 유사하지만, 상이한 더 낮은 변조 주파수 - 0.32Hz(도 3a, 도 3b 및 도 3c의 5.6Hz에 대비됨)에서의 측정에 대응하는 예를 표현한다. 특히, 도 3d의 에러 신호 트레이스에서 잔류 오실레이터리(AC) 컴포넌트는 도 3a의 것과 대조적으로 실제로 노이즈에서 구분 가능하지 않다. 이 사실은 AFM 피드백 제어 주파수 응답(PID-피드백 이득들에 의존함) 및 더 높은 주파수들에 비해 더 낮은 주파수에서 더 양호한 효과적인 피드백 추적에 기인한다. 도 3c와 비교하여 도 3f의 Z-센서 "높이" 신호 트레이스는 도 3c의 5.6Hz에서 더 짧은 측정 시간(약 4.5 초)과 비교하면, 0.32Hz의 더 낮은 주파수에서 훨씬 더 긴 측정 시간(약 60 초)으로 인해 더 두드러진 하향 드리프트/크리프 추세를 보여준다. 이는 소프트웨어 로크-인 방법에서 설명된 드리프트 보정 프로세싱이 상당한 측정 시간을 요구하는 저주파수들에서 특히 중요하다는 것을 예시한다.

[0101] [0108] 도 4a, 도 4b는 본 발명의 시스템의 실시예와 함께 수행된 실험적 AFM-nDMA 측정들의 결과들을 예시한다. 도 4a는 저장(E')을 도시하고 도 4b는 폴리다이메틸실록산(PDMS) 재료의 샘플에 대해 손실(E'') 모듈러스 데이터 대 측정 주파수(고정된 실온에서)를 도시한다. AFM-nDMA 결과들(적색의 십자형들(410 및 420))과 동일



한 재료로부터의 샘플에 대한 벌크 DMA 측정들(녹색의 파선(415, 425))의 비교는, 벌크 거시적 방법들(DMA)(이는 관련 기술에서 다른 결과들을 검증하기 위한 기준인 실측 자료(ground truth)로서 사용됨)을 이용한 그리고 나노스케일(AFM-nDMA)에서 측정된 저장 및 손실 모듈러스들 간의 실질적인 일치를 도시한다.

[0102] [0109] 도 5a, 도 5b, 도 5c, 도 5d, 도 5e, 도 5f는 (3개의 상이한 고정된 저주파수들: 0.1 Hz, 1.0 Hz, 5.6Hz에서) 온도의 함수로서 FEP(Fluorinated Ethylene Propylene) 재료의 저장 및 손실 모듈러스들의 실험적 AFM-nDMA 측정들의 결과들을 예시한다. 본 발명의 AFM-nDMA-기반 실시예로 수행된 측정의 결과와 종래의 벌크 DMA 방법론으로 수행된 결과들 간의 비교가 제공된다. 도 5a, 도 5b, 도 5c는 저장 모듈러스 대 온도의 종속성을 도시하는 반면, 도 5d, 도 5e 및 도 5f는 본 발명에 따른 나노스케일 AFM-nDMA 방법 및 벌크 거시적 DMA 기술을 사용하여 (0.1 Hz 내지 10 Hz 범위 내의) 3개의 상이한 주파수들에서 측정된 FEP 재료 샘플에 대한 손실 모듈러스 대 온도의 종속성을 도시한다. AFM-nDMA(적색, 십자형들(530, 540, 550, 560, 570, 580)) 및 벌크 DMA(녹색, 파선들(535, 545, 555, 565, 575, 585)) 데이터의 비교는, 양 기술들이 온도가 증가함에 따라 저장 모듈러스 값들에서의 두드러진 하락을 검출하고, - FEP 재료의 예상되는 유연학적 거동과 일관되게 - 측정 주파수가 증가함에 따라 더 높은 온도를 향한 손실 모듈러스 피크들의 시프트를 또한 검출한다는 것을 입증한다. 따라서, FEP의 유리 트랜지션은 종래의 벌크 DMA 기술 및 제안된 AFM-nDMA 기술 둘 모두로 검출될 수 있다.

[0103] [0110] 도 6a는, TTS(time-temperature superposition)을 통해 제시되는, 주파수에 대해, FEP에 대한 손실 탄젠트의 실험적으로-정의된 종속성(손실 모듈러스 대 저장 모듈러스의 비)을 예시한다. 본 발명의 AFM-nDMA-기반 실시예(610)로 수행된 측정의 결과와 종래의 벌크 DMA 방법론(615)으로 수행된 결과들 간의 비교가 제공된다. 도 6b, 도 6c는 TTS(time-temperature superposition)을 통해 제시되는 (도 6a의 그래프에 대응하는) 주파수에 대한 저장 모듈러스 및 손실 모듈러스의 종속성들을 각각 예시한다. 여기서, 본 발명의 AFM-nDMA-기반 실시예(620, 630)로 수행된 측정의 결과와 종래의 벌크 DMA 방법론(625, 635)으로 수행된 결과들 간의 비교가 제공된다. 도 6d는 본 발명의 실시예를 사용하여 수행된 측정 결과들(개방 원들; 640)과 종래의 벌크 DMA 방법론으로 수행된 측정의 결과들(실선 원들; 645) 간의 비교를 통한 시프트 팩터들(당업자에 의해 잘 알려짐)의 TTS(time-temperature superposition)의 예를 예시한다.

[0104] [0111] 도 6a, 도 6b, 도 6c 및 도 6d를 참조하여, 데이터는 0.1 Hz 내지 100 Hz 초과의 주파수 범위에서 그리고 실온 내지 120 °C를 초과하는 온도의 온도 범위에서, (위에서 논의된 도 5a 내지 도 5f의 예들에서의 것과 동일한 FEP(Fluorinated ethylene propylene) 재료에 대해) 본 발명의 아이디어에 따라 구성된 나노스케일 AFM-nDMA 방법론 및 종래의 거시적 벌크 DMA 방법 둘 모두로 측정되었다. 모든 온도들 및 주파수들에 대한 이러한 데이터는 거시적 측정들에 대해 일반적으로 사용되는 유연학적 데이터 분석 기술인 TTS(Time-Temperature Superposition)를 통해 중첩되고 "TTS-시프트" 주파수의 스케일로 플로팅된다. 도 6a는 손실 탄젠트("tan delta") 대 시프트된 주파수의 TTS 플롯을 도시하고; 도 6a 및 도 6b는 각각 저장 및 손실 모듈러스의 TTS-플롯을 도시한다. 도 6d는 TTS 프로세싱 동안 주파수들에 적용된 TTS "시프트 팩터들"을 예시한다. 도 6a 내지 도 6d에 의해 입증된 바와 같이, 개시된 AFM-nDMA 방법론은 기존의 벌크 거시적 유연학적 기술들 및 방법들 이룰 때면, DMA 및 TTS를 통해 획득된 결과들과의 직접적인 비교를 허용하는, (저주파수들에서 나노스케일 측정들과 관련하여) 새롭고 고유한 능력을 제공한다. 본 발명자들이 알고 있는 바로는, 이러한 AFM-nDMA 결과들은 AFM을 통한 나노스케일의 시간-온도 중첩 데이터의 제1 예이다.

[0105] [0112] **부가적인 사항들 : AFM-nDMA 변조/여기. 주파수 공간의 어드레싱.**

[0106] [0113] 주파수 범위 : 0.1 Hz - 10 Hz에서의 동작(힘 세트포인트 변조). 저주파수에서의 측정은 긴 측정 시간(적어도 10개의 사이클들의 여기 주파수를 커버함)과 연관된다. 따라서, 드리프트 및 크리프에도 불구하고 로딩 힘 조건을 일정하게 유지할 수 있는 홀드력 모드가 바람직하다. 다른 한편으로, 활성 AFM 피드백은 Z 채널에 도입된 임의의 변조에 대항(counteract)하여 기계적 여기를 효과적으로 무효화하고 측정을 쓸모없게 만든다. Z 변조 대신, 힘 세트포인트 변조는 저주파수들에서 사용되어야 한다(활성 AFM 피드백 대역폭 범위에 속함). 힘 세트포인트 변조에서, AFM 피드백은 필요한 기계적 여기를 제공하는 DC 사전 로딩 힘 세트포인트 및 AC 주기적 변조 컴포넌트 둘 모두를 추적한다. 저주파수 DDS(Direct Digital Synthesis) 컴포넌트를 추가하여, FPGA 펌웨어에서 힘 세트포인트 변조 체제가 실현될 수 있다. 힘 및 변위(변형)의 진폭들 및 위상들은 FPGA의 하드웨어 로크-인을 통해 또는 신호 트레이스들을 캡처/레코딩하고 이들을 소프트웨어로 실현되는 드리프트- 및 크리프-보정된 "소프트웨어 로크-인" 방법론("소프트웨어 로크-인")으로 복조함으로써 2개의 채널들인 편향 및 Z 센서를 통해 측정될 수 있다.

[0107] [0114] 약 10 Hz - 100 Hz의 주파수 범위에서의 동작(힘 세트포인트 및/또는 Z 스캐너 변조). 이 주파수 범위

의 홀드 기간은 비교적 짧을 수 있고, 홀드 Z 드라이브 모드(또는 Z 센서 채널에서 AC 변조 및 DC 포지션 둘 모두를 추적하는 AFM 피드백을 갖는 홀드 Z 센서)는 낮거나 보통의 드리프트 및 크리프 레이트들에 대해 수용 가능할 수 있다. 따라서, (홀드 Z 센서 또는 홀드 Z 드라이브를 통한) Z 스캐너 변조가 사용될 수 있다. 대안적으로, AFM 피드백이 이 주파수 범위에서 AC 세트포인트를 추적하기에 충분한 대역폭을 가질 수 있으므로, 힘 세트포인트 변조가 사용될 수 있다.

[0108] [0115] 약 100 Hz - 약 1000 Hz의 주파수 범위에서의 동작(Z 변조). AFM 피드백은 100 Hz 초과 주파수들에 AC 세트포인트를 추적하는 데 문제가 있을 수 있어, 비효율적인 여기(변조 진폭의 상당 부분이 잔류 에러 신호로 끝남)를 초래할 수 있다. Z 변조가 바람직하다.

[0109] [0116] 기준 주파수 기술(이는 접촉 영역의 크리프를 보정하고(일 경우에 그의 값을 차감함) 그리고/또는 연관된 크리프의 보정 프로세스 동안 접촉 영역을 추적하기 위한 것임). AFM-nDMA에서, 하나의 특정 주파수에서 재료들의 모듈러스가 다른 주파수들에서의 AFM-nDMA 측정들과 병렬로, 홀드 세그먼트의 전체 지속기간 전반에 걸쳐 측정(모니터링)되는 경우, 홀드의 종료 시에 후퇴 곡선의 JKR 피트(fit)로부터 계산된 접촉 반경이 수정될 수 있다(홀드 동안 접촉 크기의 크리프가 참작될 수 있음). 이는 동시에 적어도 2개의 주파수들에서의 여기를 요구한다. 대안적으로, 기준 주파수에서의 측정들은 다른 주파수들에서의 측정들과 인터리빙될 수 있다.

[0110] [0117] 다중-주파수 여기. 다중-주파수 여기는 AFM-nDMA 측정 시간을 단축할 수 있다. 중첩 원리가 적용될 때, 다중-주파수 여기의 결과들은 (드리프트 및 크리프가 후에서 적절히 참작된다면) 순차적인 측정들과 등가여야 한다. 비선형성들(이는 팁-샘플 접촉 시에 본질적으로 존재함)의 경우에, 다중-주파수 여기 동안 주파수들 간의 "크로스-토크"가 가능하다.

[0111] [0118] **AFM-nDMA 모델 방정식들("고조파 여기의 동적 강성")**

[0112] [0119] 위에서 이미 언급했던 바와 같이, AFM-nDMA는 준정적(DC) 컴포넌트 및 동적(AC) 오실레이터리 컴포넌트 둘 모두를 포함하는 제어된 힘으로 샘플 표면을 인텐팅하는 캔틸레버 프로브의 도움으로 수행되는 샘플의 나노스케일 동적 기계적 분석이다. 샘플에 적용되는 힘의 오실레이터리 컴포넌트의 주파수 또는 다수의 주파수들은, 연질 재료 및 다양한 폴리머들의 벌크 거시적 DMA에 일반적으로 관심이 있는 저주파수 범위 - sub-Hertz 내지 수백 Hertz - 와 매칭되도록 신중하게 선택된다.

[0113] [0120] 본 발명의 AFM-nDMA 시스템의 실시예는 여러 상이한 체제들에서 동작하도록 구성된다:

[0114] [0121] 1. 힘 세트포인트 변조의 체제 또는 모드: 여기서, AFM 피드백이 턴 온되어 프로브 캔틸레버의 편향을 모니터링하고 DC 힘("사전로드 힘") 및 AC 오실레이터리 변조 컴포넌트 둘 모두를 유지한다. 이 체제는 드리프트 및 샘플 크리프에도 불구하고 사용자가 팁-샘플 접촉의 안정적인 조건을 유지할 수 있게 하기 때문에, 저주파수 AFM-nDMA 실험들(Sub-Hertz 내지 수백 Hertz)에 대해 이상적이다. 오실레이터리 변위는 AFM 높이 센서에 의해 측정된다. 힘 변조의 고정된 미리 결정된 진폭에 대해, Z 스캐너 변위(높이 센서)의 진폭은 일반적으로 샘플의 점탄성 특성들에 의존한다는 것에 주의한다.

[0115] [0122] 2. 변위 모드(또는 "Z" 변조)의 체제: 인텐테이션 램프는 미리 결정된 트리거 힘(사전로드)에서 중지되지만 AFM 피드백은 활성화되지 않는다. 스캐너 Z 변위는 고정된 미리 결정된 진폭에서 변조되고; 따라서, 힘 AC 컴포넌트(편향)의 진폭은 샘플 재료의 점탄성 특성들에 의존한다. 이 체제는 측정 주파수가 약 백 Hertz 내지 수백 Hertz 범위에 있을 수 있고 접촉 시간 지속기간이 상대적으로 짧은 빠른 힘 볼륨 AFM-nDMA 실험들에 대해 가장 적합하다.

[0116] [0123] 3. 외부 액추에이터의 모드의 체제: 여기에서, 샘플은 HFA(High Frequency Actuator) 스테이지에 부착된다. AFM 프로브는 샘플 표면을 향해 램핑되고 미리 결정된 사전로드 힘이 존재하는 포지션(높이 센서 신호에 대한 페루프 피드백에서)에 홀딩된다. 액추에이터는 여기되고 높이 센서 피드백 루프를 통해 정적인 포지션에 홀딩되는 AFM 프로브 베이스에 대한 샘플 표면의 수직(Z) 변위의 변조를 제공한다. AFM 수직 편향 신호가 레코딩되고 분리 거리(프로브 베이스와 샘플 표면 사이의 분리)의 변조에 대한 응답으로 프로브-샘플 접촉 시에 힘의 오실레이터리 부분에 관한 정보를 제공한다. 액추에이터 진동들의 진폭 및 위상을 측정하는 센서가 없고, 이에 따라 교정이 사용되어야 한다.

[0117] [0124] 이러한 모든 시스템 구성들에 대해, 본 발명의 실시예의 동작은 나노스케일 동적 기계적 분석의 역 및 순방향 문제에 대한 방정식들에 기초하는 하나의 공통 이론적 프레임워크("고조파 여기의 동적 강성"으로서 지칭됨)를 사용한 샘플의 재료의 점탄성 재료 특성들의 평가를 초래한다. 역 문제 방정식들은, 획득된 신호들의 진폭들 및 위상들을 제공하는 AFM-nDMA 측정들의 결과들로부터의 저장 및 손실 모듈러스 및  $\tan \delta$ (손실 탄

젠트, 댐핑 팩터)와 같은 재료 특성들로부터 접촉의 동적 강성의 계산을 허용한다. 순방향 문제 방정식들은 원하는 여기 진폭 및 사전 로딩 힘을 계산함으로써 실험의 최적화를 위해 활용될 수 있다.

[0125] 단순화를 위해, (AFM-nDMA 이론 및 계산들을 설명하는 방정식들에 대한) 하나의 공통 표기법 세트는 Z 스캐너 또는 샘플 액추에이터를 통한 Z 변조와 함께 위에서 소개된 모든 3개의 체제들을 설명하는 데 사용된다. 프로브 베이스의 Z 변위(샘플 표면에 상대적이며; 때로는 "분리 거리"로서 또한 지칭됨)가 (복소-값 형태의) 고조파 신호에 의해 설명된다고 가정한다.

$$z(t) = Z_1 e^{i(\omega t + \psi)} + Z_0 \quad \text{[방정식 1]}$$

[0127] 여기서  $Z_1, \psi$  는 주파수  $\omega = 2\pi f$  에서 변위 오실레이터리 컴포넌트의 진폭 및 위상이다. 프로브는, 교정되고 알려진 것으로 간주되며 프로브의 스프링 상수( $K_c$ )를 소유한다. 추가로, 시스템이 (시스템이 고조파 여기에 대한 고조파 응답을 생성한다는 점에서) 선형이라고 가정하면, AFM 프로브 편향은 또한 고조파 신호에 의해 설명될 수 있다(즉, 측정된 값; 수직 편향 신호).

$$d(t) = D_1 e^{i(\omega t + \varphi)} + D_0 \quad \text{[방정식 2]}$$

[0129] 여기서  $D_1, \varphi$  는 각각, 주파수  $\omega = 2\pi f$  에서 편향 오실레이터리 컴포넌트의 진폭 및 위상이다.

[0130] AFM-nDMA 계산들을 위한 일반 방정식들은 (프로브와 샘플 간의 접촉의) 동적 강성의 정의를 사용하여 유도할 수 있으며, 이는 단순히 고조파의 복소-값 케이스로의 강성의 정의의 확장임: 동적 강성  $S^*$  (뉴턴/미터 단위)는 이 힘에 의해 야기된 복소-값 변형에 대한 복소-값 힘의 비로서 정의된다:

$$S^* = F^* / L^* \quad \text{[방정식 3]}$$

[0132] 그러면, 오실레이터리 변형은 변위와 프로브 편향 간의 차이로서 또는 복소-값 형태로 결정될 수 있다:

$$L^* = Z_1 e^{i(\omega t + \psi)} - D_1 e^{i(\omega t + \varphi)} \quad \text{[방정식 4]}$$

[0134] 캔틸레버 스프링 상수( $K_c$ )가 알려진 경우, 오실레이터리 힘은 편향으로부터 결정된다:

$$F^* = K_c D_1 e^{i(\omega t + \varphi)} \quad \text{[방정식 5]}$$

[0136] 따라서, 동적 강성에 대한 방정식 3은 다음과 같이 재작성될 수 있다:

$$S^* = S' + iS'' = K_c D_1 e^{i(\omega t + \varphi)} / [Z_1 e^{i(\omega t + \psi)} - D_1 e^{i(\omega t + \varphi)}] \quad \text{[방정식 6]}$$

[0138] 방정식 6에서 복소-값 표현에 일부 대수적 조작들을 적용하고 실수부 및 허수부를 분리하면 다음으로 이어진다:

$$S' = \frac{K_c D_1}{Z_1} \frac{\cos(\varphi - \psi) - (D_1 / Z_1)}{(D_1 / Z_1)^2 - 2(D_1 / Z_1) \cos(\varphi - \psi) + 1} \quad \text{[방정식 7.1, 저장 강성]}$$

$$S'' = \frac{K_c D_1}{Z_1} \frac{\sin(\varphi - \psi)}{(D_1 / Z_1)^2 - 2(D_1 / Z_1) \cos(\varphi - \psi) + 1} \quad \text{[방정식 7.2, 손실 강성]}$$

$$\tan \delta = S''/S' = \frac{\sin(\varphi-\psi)}{\cos(\varphi-\psi)-(D_1/Z_1)}$$

[0134] [0141] [방정식 7.3, 손실 탄젠트 또는 Tan Delta]

[0135] [0142] (프로브-샘플 접촉의) 동적 강성 실험 데이터로부터 점탄성 재료 특성들(저장 및 손실 모듈러스들)의 수치적 결정은 접촉 크기에 대한 지식을 요구하고: 접촉의 기하학적 구조(접촉 영역, 접촉 반경)가 다음과 같이 특성화되는 경우, 이러한 파라미터들은 저장 및 손실 강성으로부터 결정된다:

$$E' = \frac{S'}{2a_c} = \frac{K_c D_1}{2a_c Z_1} \frac{\cos(\varphi-\psi)-(D_1/Z_1)}{(D_1/Z_1)^2 - 2(D_1/Z_1) \cos(\varphi-\psi) + 1}$$

[0136] [0143] [방정식 8.1, 저장 모듈러스]

$$E'' = \frac{S''}{2a_c} = \frac{K_c D_1}{2a_c Z_1} \frac{\sin(\varphi-\psi)}{(D_1/Z_1)^2 - 2(D_1/Z_1) \cos(\varphi-\psi) + 1}$$

[0137] [0144] [방정식 8.2, 손실 모듈러스]

$$\tan \delta = E''/E' = S''/S' = \frac{\sin(\varphi-\psi)}{\cos(\varphi-\psi)-(D_1/Z_1)}$$

[0138] [0145] [방정식 8.3, 손실 탄젠트 또는 Tan Delta]

[0139] [0146] 여기서  $a_c$ 는 프로브의 팁과 샘플 사이의 접촉 반경이다.

[0140] [0147] 실제로, 나노스케일 접촉의 크기는 쉽게 시각화되거나 직접 측정될 수 없지만, 예컨대, JKR(Johnson-Kendall-Roberts) 접촉 역학 모델을 힘-거리 곡선의 후퇴 부분에 적용함으로써 인텐테이션 힘-거리 곡선의 분석으로부터 결정될 수 있다.

[0141] [0148] 따라서, 본 발명의 AFM-nDMA 방법론의 실시에는 잘-특성화된 구형 팁 기하학적 구조를 가진 프로브 사용과 함께, 접촉 크기의 계산을 위해 잘-알려진 JKR(Johnson-Kendall-Roberts) 접촉 역학 모델을 활용한다. (특히, JKR 모델은 폴리머들과 같은 연질 재료의 기계적 특성들의 분석을 위해 널리 사용되고 잘 수용되지만, JKR 모델은 선형 탄성 재료들에 대해 공식화되었고 엄밀히 말하면, 점탄성 재료들의 정확한 설명에 적합하지 않다는 것이 또한 잘 인식됨. KJ Wahl 등의 Journal of colloid and interface science, 296(1), 178-188, 2006은 이 분석을 오실레이팅 접촉 접촉을 위한 점탄성 재료들로 확장했음). (예컨대, 저주파수들에서 AFM-nDMA 측정들의 긴 홀드 기간들을 가진 실험들에서) 점탄성 재료에 대한 JKR 모델 결과들의 의심되는 불일치를 완화하기 위해, 본 발명의 실시에는 부가적으로, 알려진 크기의 접촉 영역을 갖는 특수 "펀치 프로브" AFM 팁을 활용하고 동적 강성으로부터 재료 특성들의 계산을 위해 임의의 특정 접촉 역학 모델에 의존하지 않는 검증 방법론을 제공한다. 이러한 피쳐는 AFM-관련 기술에서 알려져 있지 않거나 사용되지 않는다. 특히, 그리고 방정식들 8.1, 8.2 및 8.3을 참조하면, 저장 및 손실 모듈러스들의 결정은 인텐테이션 접촉 역학 분석으로부터 접촉 반경의 추론을 요구한다. 이에 비해, 손실 탄젠트(tan delta)의 결정은 접촉 반경을 알 것을 요구하지 않고, 편향 및 변위 진폭의 비, 편향과 변위 사이의 위상 차로부터 직접 계산된다.

[0142] [0149] **기준 주파수 기술 - AFM-기반 측정들에서 접촉 반경의 크리프 보상.**

[0143] [0150] 위에서 설명된 바와 같이, 모든 미리 결정된 주파수들에서 AFM-nDMA 측정들을 한 모든 홀드 세그먼트들이 완료된 후 점탄성 저장 및 손실 모듈러스 값들의 계산을 위해 요구되는 접촉 반경이 힘-거리 곡선의 후퇴 부분으로부터 결정된다. 인텐테이션 홀드의 맨 끝에서 추정되는 이 접촉 반경 값은 모든 주파수 세그먼트들에 걸쳐 계산들에 적용될 필요가 있을 것이며, 이는 잠재적으로 긴 시간(어쩌면, sub-Hertz 주파수들에 대해 몇 분)만큼 후퇴 이벤트보다 선행될 수 있다. 주파수 측정 세그먼트들 이전에 샘플 크리프 완화(사전로드 힘 하에서)가 달성되는 경우(즉, 제1 완화-대기 세그먼트가 충분히 긴 경우), 그리고 DC 힘이 (예컨대, 힘 세트포인트 변조 체제에서와 같이) 홀드 동안 충분히 일정하게 유지되는 경우, 그리고 접촉력의 크리프가 실질적으로 존재하지 않는 경우, 접촉 반경은 AFM-nDMA 측정 홀드의 전체 지속기간 동안 실질적으로 일정하게 유지될 수 있다.

[0144] [0151] 그러나 대부분의 다른 경우들에서, 홀드 동안 접촉 반경에 일부 크리프가 존재하고, 후퇴 곡선 접촉 반경 값의 직접적인 적용은 AFM-nDMA 계산들에 있어 체계적인 에러들로 이어질 수 있다. 관련 기술은 이러한 문제들을 해결하지 않는다.

[0145] [0152] 홀드 동안 접촉 영역의 가능한 크리프로 인한 불확실성을 보상하기 위해, 본 발명의 실시에는 아래에서 논의되는 특별한 기준 주파수 접근법을 활용한다. 방정식 8.1을 재배열하면, 다음이 획득된다:



[0146] [0153] 
$$S' = 2a_c E'$$
 [방정식 9]

[0147] [0154] 당업자는 유지된 실험 조건들(예컨대, 온도, 습도 등) 하에서 특정 주파수( $f_0$ )에서의 실질적인 안정성, 연속성, 재료 특성의 불변성, 저장 모듈러스( $E'$ )의 가정이 실질적으로 그리고 동작상 합리적이라는 것을 쉽게 인지할 것이다. 그 후, 미리 결정된 주파수( $f_0$ )에서 측정된 저장 강성( $S'$ )은 접촉 반경( $a_c$ )에 비례한다. 저장 강성( $S'(T_i)$ )이 인테이션 홀드 동안  $\{t_1, t_2, t_3 \dots\}$ 에서의 시간  $t_i$ 의 상이한 순간에 ("기준 주파수"로서 본원에서 지칭되는) 미리 결정된 주파수( $f_0$ )에서 측정되고, 프로브 후퇴 시간( $t_r$ ) 직전 홀드의 맨 끝에서  $S'(T_r)$ 로서 또한 측정되는 경우, 접촉 반경 값들( $a_c(t_i)$ )은 AFM-nDMA 측정의 전체 시간 동안 재구성 (또는 추가로 보간) 될 수 있다.

[0148] [0155] 
$$S'(ti)/S'(tr) = a_c(ti)/a_c(tr)$$
 [방정식 10]

[0149] [0156] 여기서 접촉 반경( $a_c(t_r)$ ) 값은 후퇴 곡선으로부터 결정된다.

[0150] [0157] 특히, 손실 강성( $S''$ )(방정식 7.2)은 또한, 원칙적으로 접촉 반경 크립프 보상에 대해 유사한 방식으로 사용될 수 있지만; 저장 강성( $S'$ )을 사용하는 것은 신호 대 잡음 비 고려사항들로부터 보다 실질적으로 타당하게 된다.

[0151] [0158] 본 발명의 실시예의 동작을 실시하기 위해, 실체가 있는 메모리 엘리먼트에 저장된 애플리케이션-특정 명령들에 의해 제어되는 프로세서의 신중한 사용이 요구될 수 있다. 당업자들은 요구된 알고리즘 기능들, 동작들 및 판단들이 컴퓨터 프로그램 명령들, 소프트웨어, 하드웨어, 펌웨어 또는 이들의 조합으로서 구현될 수 있다는 것을 쉽게 인지해야 한다. 당업자들은 또한, 본 발명의 기능들 및 엘리먼트들을 정의하는 명령들 또는 프로그램들이 기록 불가능한 저장 매체들(예컨대, 컴퓨터 내의 판독 전용 메모리 디바이스들, 이블테면, ROM, 또는 컴퓨터 I/O 부착에 의해 판독 가능한 디바이스들, 이블테면, CD-ROM 또는 DVD 디스크들), 기록 가능한 저장 매체들(예컨대, 플로피 디스크들, 제거 가능한 플래시 메모리 및 하드 드라이브들) 상에 변경 가능하게 저장되는 정보 또는 유선 또는 무선 컴퓨터 네트워크들을 포함하는 통신 매체들을 통해 컴퓨터로 전달되는 정보를 포함(그러나 이에 제한되지 않음)하는 다수의 형태들로, 프로세서에 전달될 수 있다는 것을 쉽게 인지해야 한다. 또한, 본 발명은 소프트웨어로 구체화될 수 있지만, 본 발명을 구현하는 데 필요한 기능들은 선택적으로 또는 대안적으로, 펌웨어 및/또는 하드웨어 컴포넌트들 이블테면, 조합 로직, ASIC(Application Specific Integrated Circuit)들, FPGA(Field-Programmable Gate Array)들 또는 다른 하드웨어 또는 하드웨어, 소프트웨어 및/또는 펌웨어 컴포넌트들의 일부 조합을 사용하여 부분적으로 또는 전체적으로 구체화될 수 있다.

[0152] [0159] 본 명세서 전반에 걸쳐 이루어진 "일 실시예", "실시예", "관련 실시예" 또는 유사한 언어에 대한 참조들은, "실시예"를 참조하여 함께 설명된 특정 피처, 구조 또는 특성이 본 발명의 적어도 하나의 실시예에 포함된다는 것을 의미한다. 따라서, 이러한 문구들 및 용어들의 출현이 동일한 구현을 참조할 수 있지만, 반드시 그런 것은 아닐 수 있다. 그 자체로 그리고 가능한 도면과 관련하여 취해진 개시내용의 어떤 부분도 본 발명의 모든 피처들의 완전한 설명을 제공하는 것으로 의도되지 않는다는 것이 이해될 것이다.

[0153] [0160] 또한, 어떤 도면도 본 발명의 모든 피처들의 완전한 설명을 지원하는 것으로 의도되지 않는다는 것이 이해될 것이다. 즉, 주어진 도면은 일반적으로, 본 발명의 피처들 중 일부만(그리고 일반적으로 전부가 아님)을 설명한다. 주어진 도면 및 그러한 도면을 참조하는 설명을 포함하는 개시내용의 연관된 부분은 일반적으로, 주어진 도면 및 논의를 단순화하고 논의를 이 도면에서 특징화되는 특정 엘리먼트들로 안내하기 위해 특정 뷰(view)의 모든 엘리먼트들, 및 이 뷰에서 제시될 수 있는 모든 피처들을 포함하진 않는다. 당업자는 본 발명이 어찌면, 특정 피처들, 엘리먼트들, 컴포넌트들, 구조들, 세부사항들 또는 특성들 중 하나 이상 없이 또는 다른 방법들, 컴포넌트들, 재료들 등을 사용하여 실시될 수 있다는 것을 인식할 것이다. 따라서, 본 발명의 실시예의 특정 세부사항이 그러한 실시예를 설명하는 각각의 그리고 모든 도면에 반드시 도시되진 않을 수 있지만, 설명의 맥락이 달리 요구하지 않는 한, 도면에서 이러한 세부사항의 존재가 암시될 수 있다. 다른 경우들에서, 잘 알려진 구조들, 세부사항들, 재료들 또는 동작들은 논의되는 본 발명의 실시예의 양상들을 불명료하게 하는 것을 회피하기 위해 상세히 설명되거나 주어진 도면에서 도시되지 않을 수 있다.

[0154] [0161] 본 개시내용에 첨부된 청구항들에 인용된 바와 같은 발명은 청구항들에서의 인용들 및 참조가 이루어진 종래 기술에 개시된 피처들을 포함하는 개시내용 전체를 고려하여 평가되는 것으로 의도된다.

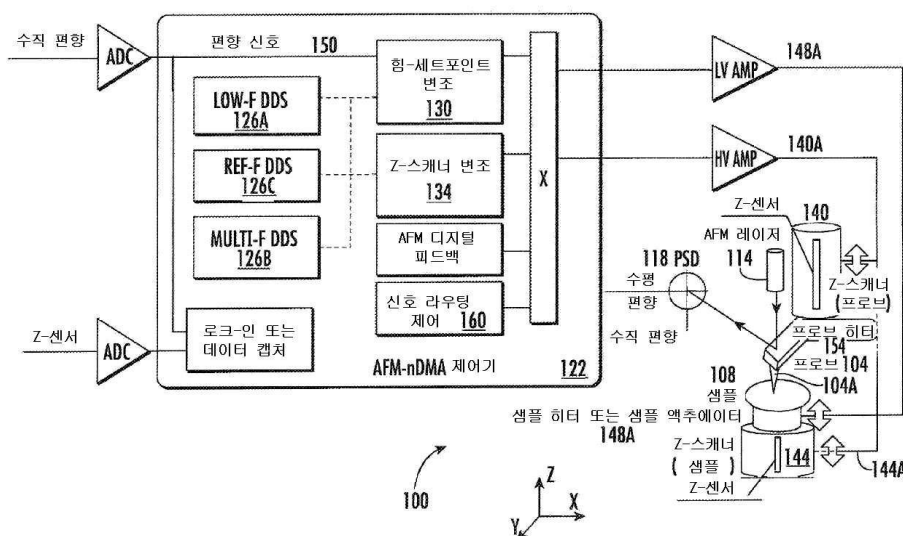
[0155] [0162] 본 개시내용 및 첨부된 청구항들의 목적들을 위해, 당면한 값, 엘리먼트, 속성 또는 특성의 디스크립터(descriptor)를 참조하는 용어들 "실질적으로", "대략", "약" 및 유사한 용어들의 사용은, 참조된 값, 엘리먼트, 속성 또는 특성이 반드시 언급된 것과 정확히 일치할 필요는 없지만, 그럼에도 불구하고 실용적인 목적들로, 당업자에 의해 언급된 바와 같이 고려될 것임을 강조하는 것으로 의도된다. 특정 특성 또는 품질 디스크립터에 적용되는 바와 같은 이러한 용어들은 이를테면, 근사 언어를 함의적으로 표시하고 특정된 특성 또는 디스크립터를 설명하여서, 그의 범위가 당업자에 의해 이해될 수 있도록, "대부분", "주로", "상당히", "대체로", "본질적으로", "대부분 또는 상당 부분", "주로 그러나 반드시 완전히 그럴 필요는 없음(largely but not necessarily wholly the same)"을 의미한다. 하나의 특정 경우에, "대략", "실질적으로" 및 "약"이라는 용어들은, 수치 값을 참조하여 사용될 때 특정된 값에 대해 플러스 또는 마이너스 20 %, 더 바람직하게 플러스 또는 마이너스 10 %, 더욱 바람직하게는 플러스 또는 마이너스 5 %, 가장 바람직하게는 특정된 값에 대해 플러스 또는 마이너스 2 %의 범위를 표현한다. 비-제한적인 예로서, 두 값들이 서로 "실질적으로 동일"하다는 것은 두 값들 간의 차이가, 값 그 자체의 +/- 20 % 범위, 바람직하게는 값 그 자체의 +/- 10 % 범위 내에, 더 바람직하게는 값 그 자체의 +/- 5 % 범위 내에, 더욱 더 바람직하게는 값 그 자체의 +/- 2 % 미만의 범위 내에 있을 수 있다는 것을 암시한다.

[0156] [0163] 선택된 특성 또는 개념을 설명하는 데 이러한 용어들의 사용은 불확정성(indefiniteness)에 대한 그리고 특정된 특성 또는 디스크립터에 수치 제한을 추가하는 것에 대한 임의의 토대를 제공하거나 암시하지 않는다. 당업자에 의해 이해될 바와 같이, 언급된 것으로부터 그러한 값, 엘리먼트 또는 특성의 정확한 값 또는 특성의 실제 편차는 이러한 목적들을 위해 당 업계에서 수락되는 측정 방법을 사용할 때 통상적인 실험 측정 에러에 의해 정의된 수치 범위 내에 있으며, 그 수치 범위 내에서 변동될 수 있다.

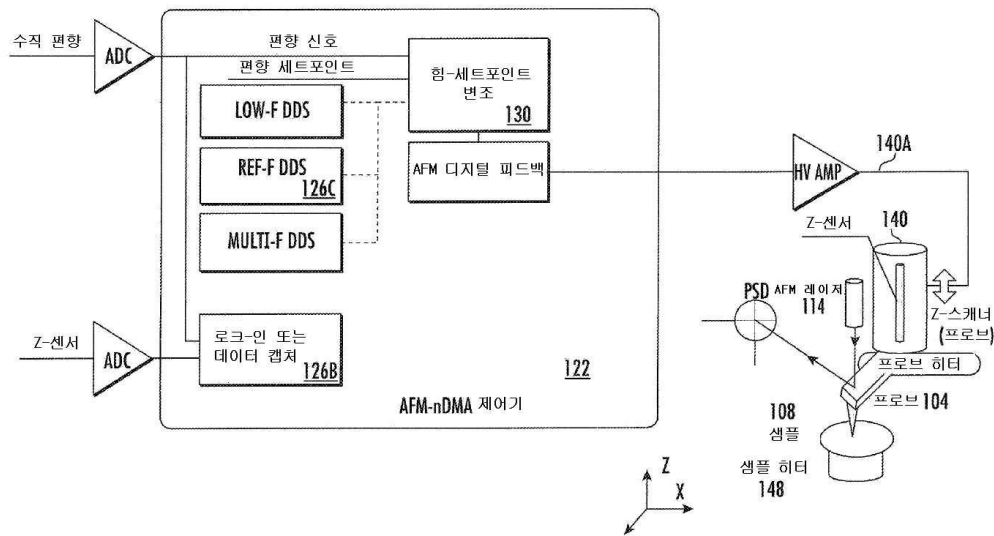
[0157] [0164] 예시된 실시예들에 대한 수정들 및 변형들은 본원에서 개시된 본 발명의 개념들로부터 벗어나지 않고 이루어질 수 있다. 또한, 개시된 양상들 또는 이러한 양상들 중 일부는 위에서 나열되지 않은 방식으로 결합될 수 있다. 따라서, 본 발명은 개시된 실시예(들)로 제한되는 것으로 고려되어서는 안 된다. 게다가, 본원에서 사용된 용어는 특정 실시예들을 설명하려는 목적만을 위한 것이며, 본 발명들의 범위를 제한하는 것으로 의도되지 않는다.

도면

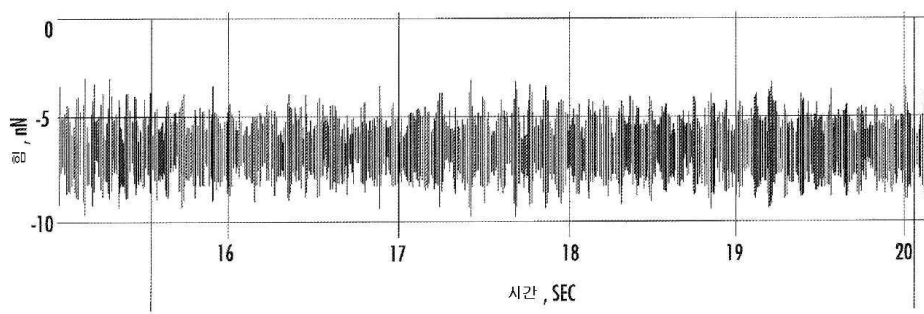
도면1



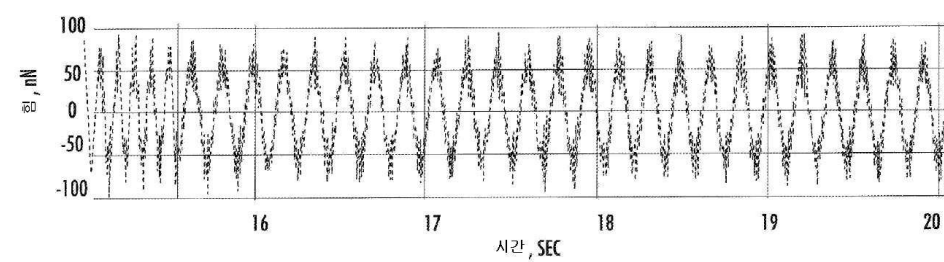
도면2



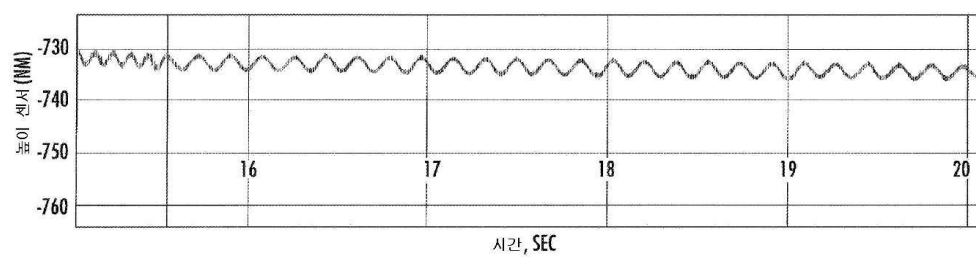
도면3a



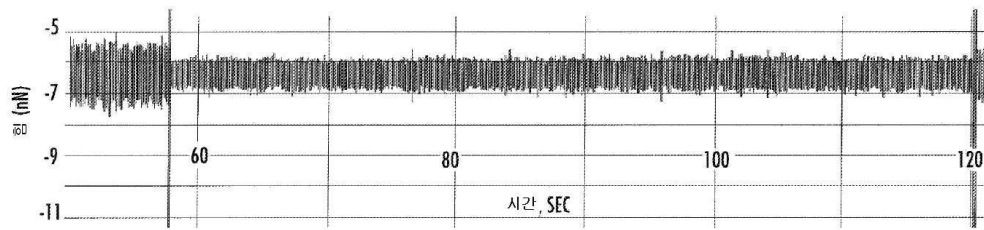
도면3b



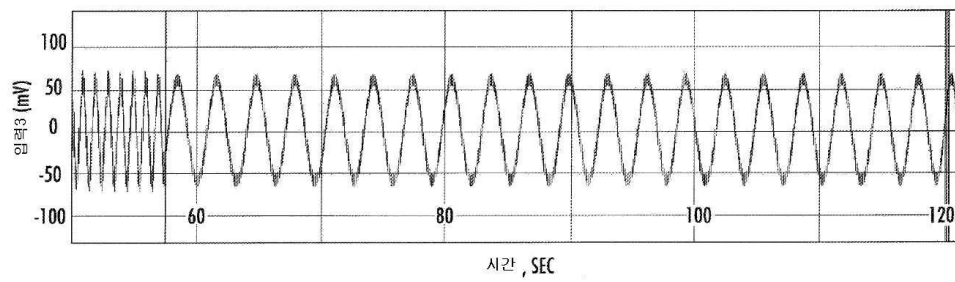
도면3c



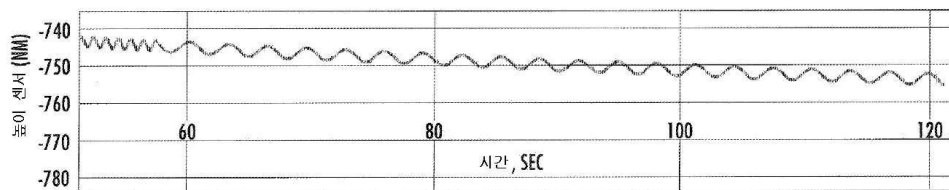
도면3d



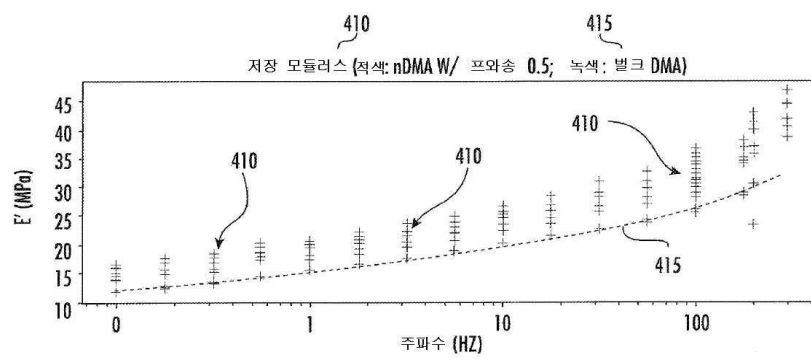
도면3e



도면3f



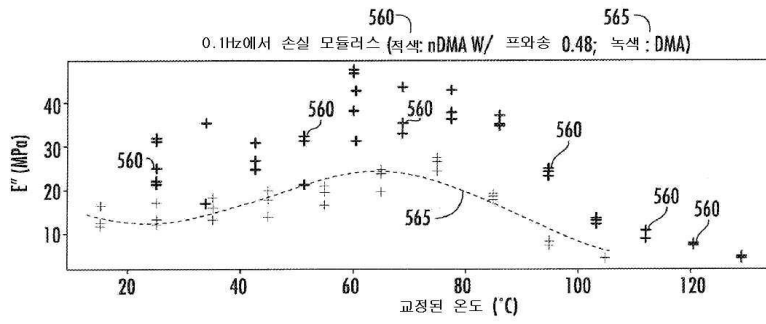
도면4a



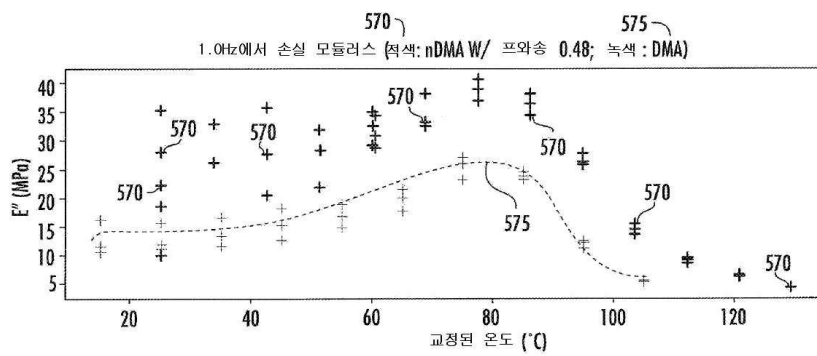




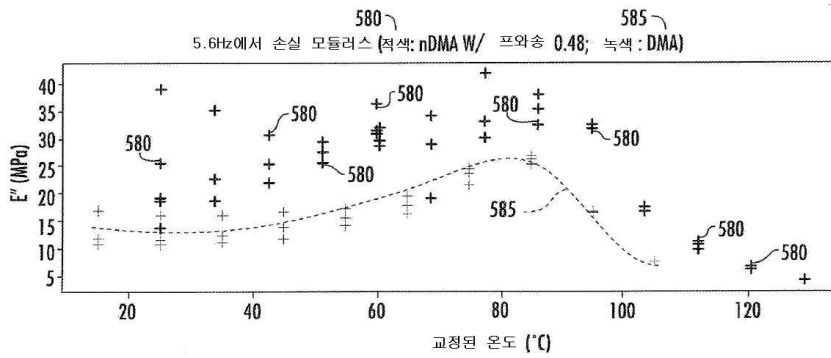
도면5d



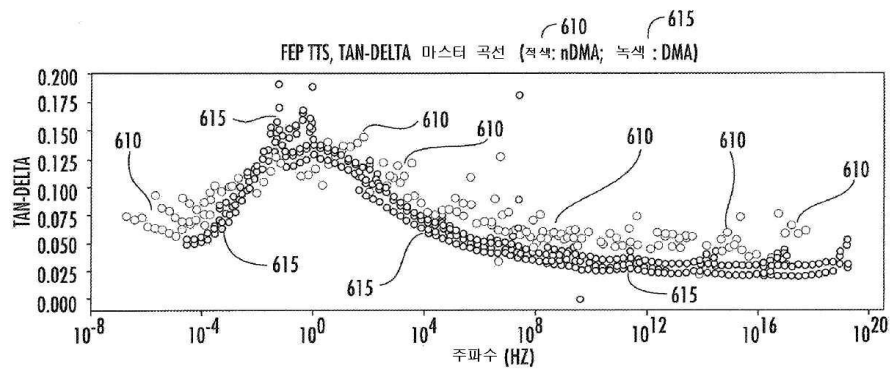
도면5e



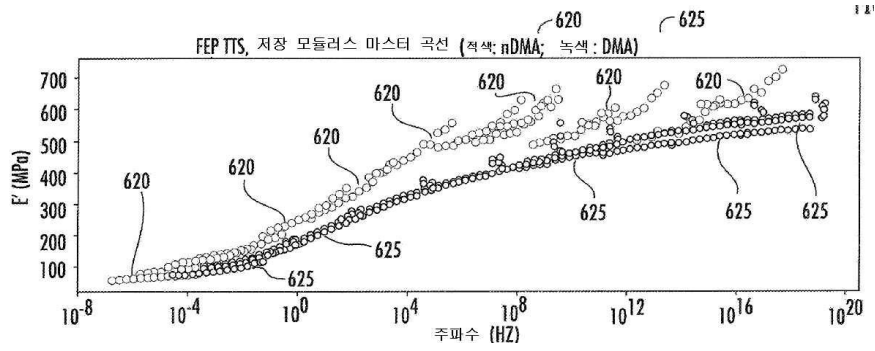
도면5f



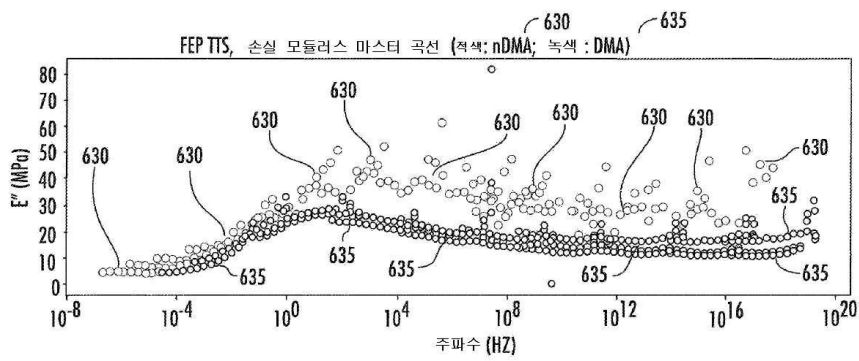
도면6a



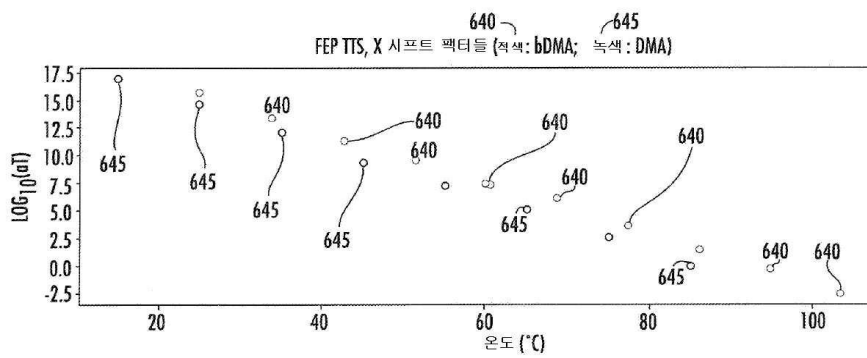
도면6b



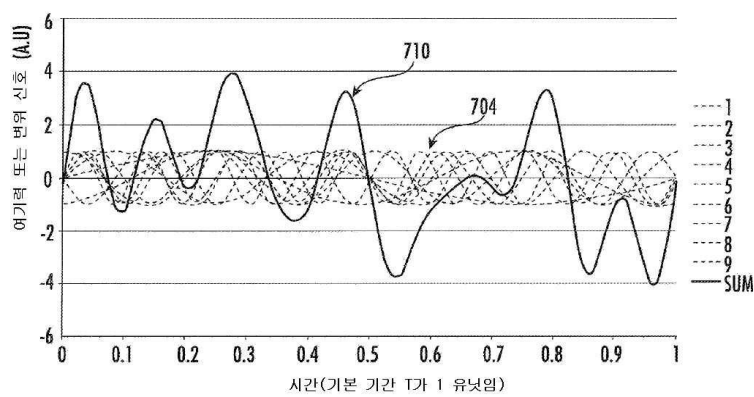
도면6c



도면6d



도면7a



도면7b

