

Mikro-3D-Druck von stationären Phasen für die miniaturisierte Flüssigkeitschromatographie - 3DmiChrom

In der Flüssigkeitschromatographie setzen die Partikel-basierten stationären Phasen eindeutige Limitationen für eine hohe Trenneffizienz bei gleichzeitiger Miniaturisierung der Hardware. Das Ziel des IGF-Projektes 3DmiChrom ist eine signifikante Verschiebung der Limitationen durch die additive Fertigung von Mikrosäulen im Nanometer-Präzisionsbereich, die als stationäre monolithische Festphase in ein mikrofluidisches Lab-on-a-chip-System integriert werden können. Die Mikrosäulen sollen hierfür mit der Zwei-Photonen-Lithographie gedruckt werden. Die im Mikro-3D-Druck eingesetzten Materialien sollen für die Chromatographie (z. B. Umkehrphasen, Ionenaustauscher) funktionalisiert werden.

Im Rahmen der bislang durchgeführten Arbeiten wurde auf Seiten des Projektpartners IUTA die additive Fertigung der gesamten Säulenhardware untersucht. Hierbei kamen Drucker auf Basis der Digital Light Processing (DLP)- und Fused Filament Fabrication (FFF)-Technik zum Einsatz. Zudem wurde die hybride additive Fertigung als Alternative zur reinen additiven Fertigung untersucht. Dabei wurden kommerziell erhältliche, klassisch gefertigte Materialien mit additiv hergestellten Komponenten kombiniert, um eine Säulenhardware zu entwickeln, die eine Kopplung mit einem HPLC-System erlaubt. Des Weiteren wurde die hybrid-gefertigte Hardware weiter optimiert, um Totvolumina zu reduzieren. Abschließend wurden die mittels Zwei-Photonen-Lithographie gedruckten Säulen hinsichtlich Fluss- und Druckverhalten getestet.

Die additive Fertigung der Säulenhardware, abgesehen vom 2PP-Druck, erwies sich als nicht erfolgreich, da die Auflösung der FFF- und DLP-Verfahren mit 200 μm bzw. 50 μm zu gering war. Dies führte dazu, dass es nicht möglich war, eine ausreichend totvolumenfreie Verbindung mit der additiv gefertigten Säule sicherzustellen.

Der Wechsel zu einer hybriden additiven Fertigungsmethode ermöglichte jedoch die erfolgreiche Entwicklung einer Hardware, die mit einem HPLC-System gekoppelt werden konnte. Dadurch konnten erste chromatographische Versuche durchgeführt werden. Als Säulenhardware wurde auf Sleeves aus Tetrafluorethylen-Hexafluorpropylen-Copolymer (FEP) zurückgegriffen, die für Kapillaren mit einem Außendurchmesser von 275-315 μm geeignet sind. Um eine totvolumenfreie Integration mit dem gedruckten Monolithen zu gewährleisten, wurde der ID nach mehreren Iterationen auf 350 μm erhöht. An beiden Enden des Sleeves wurden Fused-Silica-Kapillaren mit einem Außendurchmesser von 365 μm eingeführt. Durch Verpressen konnte so eine fluiddichte Verbindung sichergestellt werden. Das gesamte Konstrukt wurde in einem additiv gefertigten Halter fixiert, um ein Verrutschen der Kapillaren zu verhindern und die Handhabung zu erleichtern. Der Aufbau ist in Abbildung 2 dargestellt.

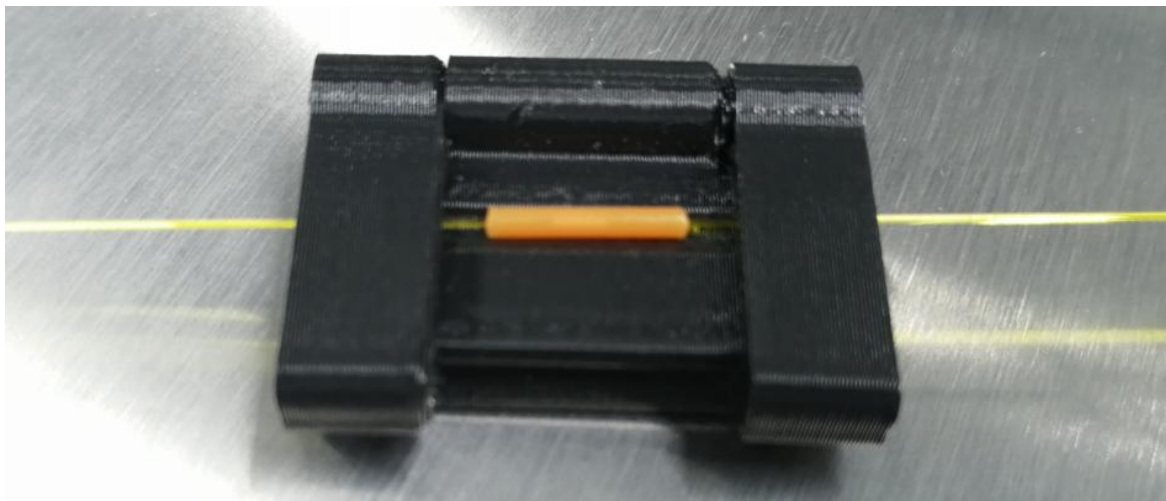


Abb. 2: Aktuelle Säulenhardware für die Nutzung der mittels Zwei-Photonen-Lithographie gedruckten Polymermonolithen

Die Kopplung mit einem Mikro-HPLC-System wurde erfolgreich durchgeführt. Dabei konnte ein Flussbereich von 1-50 $\mu\text{L}/\text{min}$ abgedeckt werden, ohne dass Undichtigkeiten auftraten. Der maximale Druck betrug 16 bar. Im laufenden Betrieb wurden jedoch nach mehreren Injektionen Undichtigkeiten beobachtet, die auf Druckstöße durch die Schaltung des Injektionsventils zurückzuführen sind. Zur weiteren Optimierung wird angestrebt, die Verbindungen zu verkleben. Um die im Rahmen des Projektes avisierte Druckstabilität von 300 bar zu erreichen, ist ein Wechsel auf Polyetheretherketon-Sleeves erforderlich.

Förderhinweis:

Das Projekt 01IF22786N wird gefördert über den DLR-PT im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages.

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages