

Fertigungsmethoden zur Herstellung dreidimensionaler metallischer Mikrosysteme für Life-Science Anwendungen

Von der Fakultät für Maschinenbau
der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig

zur Erlangung der Würde
einer Doktor-Ingenieurin (Dr.-Ing.)
genehmigte

Dissertation

von
Dipl.-Ing. Claudia Richter
aus Sebnitz

eingereicht am: 19. Februar 2015

mündliche Prüfung am: 11. Juni 2015

Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. Stephanus Büttgenbach
Prof. Dr. rer. nat. Bertram Schmidt

2015

Berichte aus der Mikro- und Feinwerktechnik

herausgegeben von Prof. Dr. rer. nat. S. Büttgenbach

Band 38

Claudia Richter

**Fertigungsmethoden zur Herstellung
dreidimensionaler metallischer Mikrosysteme
für Life-Science Anwendungen**

Shaker Verlag
Aachen 2015

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Braunschweig, Techn. Univ., Diss., 2015

Copyright Shaker Verlag 2015

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-3833-0

ISSN 1433-1438

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen
Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9
Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Mikrotechnik (IMT) der Technischen Universität Braunschweig. Sie wurde im Rahmen der Forschergruppe 856 *mikroPART – Mikrosysteme für partikuläre Life-Science-Produkte* von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr. rer. nat. Stephanus Böttgenbach. Er hat mir ein selbständiges und eigenverantwortliches Arbeiten unter hervorragenden technischen Bedingungen ermöglicht und brachte mir bereits als Diplomandin großes Vertrauen bei der Projektbeantragung entgegen. Seine stets unterstützende Betreuung trug im Wesentlichen zu meiner persönlichen und fachlichen Weiterentwicklung sowie zum Gelingen dieser Arbeit bei.

Mein herzlicher Dank gilt auch Prof. Dr. rer. nat. Andreas Dietzel für die gemeinsame Zeit am Institut für Mikrotechnik. Seine Unterstützung und seine verständnisvolle Art haben mir den Wiedereintritt in den Berufsalltag nach der Elternzeit sehr erleichtert. Somit freue ich mich besonders über seine Bereitschaft den Vorsitz der Promotionskommission zu übernehmen. Ebenso danke ich Prof. Dr. rer. nat. Bertram Schmidt für das Interesse an meiner Arbeit und die Übernahme des Koreferates.

Ferner bedanke ich mich bei allen IMT-Kollegen, die mich im Laufe meiner Arbeit fachlich und moralisch unterstützt haben. Besonderer Dank gilt meinen ehemaligen Kollegen und Freunden Stefanie Demming und Björn Hoxhold. Ohne unsere fachlichen und privaten Gespräche in und vor allem außerhalb der Kernarbeitszeit kann ich mir die erste Projektlaufzeit von mikroPART nicht vorstellen – nach ihrem Weggang waren die Abendstunden am IMT nicht mehr dieselben! Danken möchte ich auch Martina Rohland für die tolle Zeit im Frauenbüro und das angenehme und produktive Arbeitsklima. Thalke Niesel, Mayra Garcés-Schröder und Lars Hecht danke ich für die Aufnahme nach meiner Rückkehr aus der Elternzeit, für unzählige inspirierende Gespräche und phantasievolle Einfälle sowie die genussvollen Mittagspausen. Dem technischen Personal, den Auszubildenden und dem Sekretariat

möchte ich für die vielen kleinen Handgriffe, die erfolgreiche Zusammenarbeit und Unterstützung danken. Mein besonderer Dank gilt an dieser Stelle Anke Vierheller für Ihren unermüdlichen Einsatz und Ihre Hilfe an der Mikrofunktenerosionsanlage sowie für ihren wertvollen Beitrag bei der Untersuchung des Stempelerosionsprozesses. Weiterhin möchte ich Anke Vierheller, Bettina Thürmann und Jan-Wilhelm Thies für die engagierte Vertretung während meiner Elternzeit danken.

Bedanken möchte ich mich auch bei den ehemaligen Mitarbeitern der Forschergruppe mikroPART, die mit ihrer freundlichen Unterstützung ebenfalls einen Teil zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben. Insbesondere danke ich Jan Henrik Finke für die tolle Zusammenarbeit, seine konstruktiven Korrekturen und Unterstützung, die ich stets auch in letzter Minute in Anspruch nehmen durfte.

Danken möchte ich auch meinen fleißigen Hiwis Daniel Stegemann, Ansgar Holle, Isabelle Milsch und Marco Hornbostel für ihre Eigeninitiative sowie ihre tatkräftige und oftmals kreative Unterstützung bei der Prozessierung im Reinraum, der Versuchsdurchführung im Labor und der messtechnischen Auswertung.

Ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern und meinem Bruder, die mich schon mein ganzes Leben lang liebevoll und tatkräftig unterstützen. Besonders dir liebe Mutti, danke ich für deinen unerschütterlichen Glauben und die vielen motivierenden Gespräche.

Meinem Ehemann Dirk danke ich von ganzen Herzen für seine Geduld und die liebevolle Betreuung unseres Sohnes Moritz. Ohne das und seine „strengen Worte“, wäre diese Arbeit wohl nie beendet worden.

Klein Schöppenstedt, Februar 2015

Claudia Richter

Kurzfassung

Die Miniaturisierung ist eine der Schlüsseltechnologien in modernen Produktentwicklungsprozessen. Mikrosysteme werden unter immer extremeren Umweltbedingungen, z. B. hinsichtlich Temperatur und Druck eingesetzt.

Solche Anforderungen verlangen robuste und verschleißfeste Systeme mit spezifischen Eigenschaften. Die Silizium-basierte Mikrotechnologie kann diesen Ansprüchen nicht mehr genügen. Es werden neue Materialien und Fertigungsmethoden benötigt.

Die vorliegende Dissertation präsentiert vier Fertigungsverfahren für die präzise Strukturierung von dreidimensionalen Mikrosystemen in Edelstahl. Ermittelt wurde die Anwendbarkeit einer Standard UV-Lithographie mit einem anschließenden nasschemischen Ätzschritt in Eisen(III)-chlorid. Weitere Untersuchungen beschäftigen sich mit den nicht-konventionellen Fertigungsverfahren der Mikrobahnerosion und der Senkerosion. Die bereitgestellten Prozesse werden vervollständigt durch einen elektrochemischen Polierschritt zur nachträglichen Oberflächenbearbeitung. Die einzelnen Verfahren wurden detailliert untersucht und hinsichtlich der erreichbaren Abbildungsgenauigkeit, der Abtragrate und der Oberflächengüte optimiert.

Ihre Anwendung erfolgt im Rahmen der DFG Forschergruppe 856 mikroPART bei der Entwicklung eines komplexen Mikrosystems für die Herstellung und Beladung von Lipidnanopartikeln als Arzneistoffträger. Die entwickelten Funkenerosionsprozesse zeigen eine außergewöhnliche Eignung für die Fertigung der benötigten Mikrokanäle. Mit Hilfe der Bahnerosion wurden kleinste Strukturbreiten von 50 µm mit einer Oberflächenrauheit von weniger als 100 nm hergestellt. Die Verwendung eines Senkerosionsprozesses verringert die Fertigungszeit. Bei einer vergleichbaren Strukturgröße wird die Abtragrate um 40 % gesteigert. Die Erzeugung von glatten, glänzenden Oberflächen ist in vielen Anwendungen unumgänglich, z. B. zur Vermeidung von Ablagerungen in mikrofluidischen Systemen. Die Kombination aus Bahnerosion und elektrochemischen Polieren ergibt eine Oberflächenverbesserung von mehr als 75 %.

Die so hergestellten Mikrostrukturen ermöglichen den Betrieb des komplexen, modular aufgebauten und damit prozessflexiblen, Mikrogesamtsystems bei bis zu 2300 bar und 100 °C. In nur einem Systemdurchlauf wurden feste Lipidnanopartikel mit einer Partikelgröße von weniger als 200 nm hergestellt.

Abstract

Miniaturization is one of the key technologies in modern product development. Microsystem components are applied under more and more harsh conditions, e.g. higher temperature and higher pressure. Such challenges demand robust and wear resistant microsystems featuring specific characteristics. Often, common silicon based microtechnology does not suffice to fulfill these increasing demands. New materials and manufacturing methods are required.

In this doctoral thesis, four manufacturing methods for the precise and accurate structuring of 3D microsystems made of stainless steel are presented. Based on a standard UV photolithography, a wet chemical etching process applying iron(III) chloride is tested for suitability. Further investigations include the non-conventional fabrication technologies microelectrical discharge milling (μ ED-milling) and die-sinking microelectrical discharge machining (μ EDM). The process cluster is completed by electrochemical polishing as a subsequent surface finishing method. Each fabrication method is analyzed in detail and optimized related to reproduction accuracy, removal rate and achievable surface roughness.

The described manufacturing methods are applied in the context of the Research Group 856 mikroPART. One of the project aims is to design a complex microsystem for the integrated generation and loading of drug carrier systems. The developed microelectrical discharge processes provide an excellent ability for the production of required microchannel geometries. With μ ED-milling, orifices with a minimum width of 50 μ m and a surface roughness of less than 100 nm are fabricated. The use of die-sinking μ EDM offers comparable structural qualities and increases the removal rate about 40 %, leading to shorter production times. Smooth and bright surfaces are necessary for many applications, e.g. to prevent fouling in microfluidic systems. The combination of a μ ED-milling process with a subsequent electrochemical polishing step improves the surface quality by more than 75 %.

Microstructures fabricated with the manufacturing processes established in this thesis prove to be combinable to form complex, nonetheless modular, multi-process microsystem that can be operated at up to 2300 bar and 100 °C. Solid lipid nanoparticles (mean particle size < 200 nm) were efficiently produced within only one cycle, paving the way to advantageous, continuous manufacturing.

Inhaltsverzeichnis

1	Motivation.....	1
2	Nasschemische Strukturierung von Edelstahl in wässrigen FeCl₃-Lösungen.....	5
2.1	Einleitung.....	5
2.2	Versuchsplanung und -durchführung.....	7
2.2.1	Vorversuche: Ätzmaskierung.....	8
2.2.2	Einfluss der Legierungszusammensetzung.....	11
2.2.3	Einfluss der Prozesstemperatur.....	13
2.2.4	Einfluss der Konzentration des Ätzmediums.....	16
2.3	Konzeptüberprüfung.....	18
2.4	Zusammenfassung.....	21
3	Mikrofunkenerosive Strukturierung von Edelstahl.....	23
3.1	Stand der Technik.....	23
3.2	Physikalisches Prinzip.....	25
3.3	Prozessvarianten der Mikrofunkenerosion.....	30
3.4	Mikrofunkenerosionsanlage – SX-200 HPM (Sarix SA.).....	31
3.4.1	Aufbau und Funktionsweise.....	31
3.4.2	Erosionsparameter.....	35
3.5	Einfluss der Erosionsparameter auf den Fertigungsprozess.....	36
3.5.1	Abtragrate.....	37
3.5.2	Oberflächenqualität.....	37
3.5.3	Elektrodenverschleiß.....	38
3.6	Mikrobahnerosion.....	40
3.6.1	Versuchsplanung und –durchführung.....	41
3.6.1.1	Einfluss der Spannung.....	43
3.6.1.2	Einfluss der Impulsfrequenz.....	44
3.6.1.3	Einfluss des Funkenspaltes.....	45
3.6.1.4	Einfluss der Regelgröße <i>Strom</i>	46
3.6.2	Praktische Anwendung für die Fertigung von Mikrokanalgeometrien.....	47

3.6.3	Zusammenfassung	50
3.7	Mikrosenkerosion	52
3.7.1	Stempelherstellung	53
3.7.2	Versuchsplanung und -durchführung	55
3.7.2.1	Einfluss des Inkrements	60
3.7.2.2	Einfluss der Impulsbreite und Impulsfrequenz (Tastverhältnis).....	62
3.7.2.3	Einfluss des Funkenspaltes	65
3.7.2.4	Einfluss der Entladeenergie	67
3.7.3	Konzeptüberprüfung.....	69
3.7.4	Zusammenfassung	74
4	Elektrochemisches Polieren von funkenerodierten Mikrokavitäten in Edelstahl	77
4.1	Einleitung.....	77
4.2	Versuchsplanung und -durchführung.....	78
4.2.1	Einfluss des Mischungsverhältnisses von H_3PO_4 und H_2SO_4	81
4.2.2	Einfluss der Beimengung von Glycerin als Additiv	82
4.2.3	Einfluss der Badtemperatur	83
4.2.4	Einfluss der Stromdichte	84
4.2.5	Einfluss des elektrochemischen Polierens auf die Strukturtreue der funkenerodierten Mikrokavitäten	85
4.3	Konzeptüberprüfung	87
4.4	Zusammenfassung.....	89
5	Zusammenfassung und Ausblick.....	91
6	Literaturverzeichnis	99
6.1	Weiterführende Literatur.....	99
6.2	Eigene Veröffentlichungen	107
6.3	Betreute Arbeiten	112
	Anhang.....	115
	A – Ausführliche Fertigungsabläufe.....	115
	B – CNC-Programmcode der Untersuchungen zur Senkerosion.....	119