Schlussbericht PEEKurious

Teil I Kurzbericht und Teil II Eingehende Darstellung

Verbundprojekt: Gesteigerte Funktionalisierung und Osseointegration von PolyEtherEtherKeton im 3D-Druckverfahren durch Visualisierung, Prozessierung, Compoundierung und Beschichtung (PEEKurious)

Teilvorhaben: Erforschung innovativer Kunststoffcompounds für Filamente

FKZ: 13XP5108B

Laufzeit des Vorhabens: 01.02.21-31.12.24

Zuwendungsempfänger:

Evonik Operations GmbH
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen

Ansprechpartner:

Dr. Philip Engel
Paul-Baumann-Straße 1
45772 Marl

GEFÖRDERT VOM

Bundesministerium für Bildung und Forschung

Das diesem Bericht zugrunde liegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung unter dem Förderkennzeichen 13XP5108B gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieses Berichts liegt beim Autor.

Teil I: Kurzbericht

1. Ursprüngliche Aufgabenstellung sowie wissenschaftlicher und technischer Stand, an den angeknüpft wurde

Das Projekt PEEKurious verfolgte das Ziel, innovative Lösungen für die Entwicklung von PolyEtherEtherKeton (PEEK)-basierten Implantaten zu erforschen und zu realisieren. Im Rahmen des Teilvorhabens der Evonik Operations GmbH lag der Fokus auf der Erforschung neuartiger Kunststoffcompounds, die für die additive Fertigung von Implantaten geeignet sind. Zu Beginn des Projekts wurde eine umfassende Anforderungsanalyse durchgeführt, um die spezifischen Eigenschaften der Materialien zu definieren, die für medizinische Anwendungen erforderlich sind.
Evonik brachte dabei seine Expertise in der Entwicklung von Hochleistungs-Polymeren ein, insbesondere mit dem Material VESTAKEEP®, das bereits in verschiedenen Formen wie Granulat und Filament für medizinische Anwendungen verfügbar ist. Die bisherigen Arbeiten umfassten die Identifikation relevanter Materialvarianten, darunter ungefülltes PEEK, osteokonduktives PEEK und kohlefaserverstärktes PEEK, die als Basis für die Erforschung neuer Compoundmaterialien dienen.
Die Arbeitspakete des Teilvorhabens beinhalteten die Evaluation möglicher Basis-Compoundierungen, die Erforschung neuartiger Rezepturen sowie die Herstellung und Charakterisierung von Filamenten. Insbesondere wurde die Herstellung von kohlefaserhaltigen PEEK-Compounds mit unterschiedlichen Füllgraden erforscht, um die mechanischen Eigenschaften und die Verarbeitbarkeit der Materialien zu ergründen. Diese Vorarbeiten waren entscheidend, um die Funktionalität und den potentiellen medizinischen Mehrwert der Implantate zu gewährleisten und die Grundlage für die nachfolgenden Schritte im Projekt zu legen.

2. Ablauf des Vorhabens

Der Projektplan für das Vorhaben PEEKurious umfasste einen Zeitraum von insgesamt 41 Monaten, beginnend im Februar 2021 und endend im Dezember 2024. Der Ablauf des Projekts war in mehrere Arbeitspakete (AP) unterteilt, die parallel bearbeitet wurden, um die Effizienz zu maximieren und die Projektziele fristgerecht zu erreichen. Zu den zentralen Arbeitspaketen gehörten die Anforderungsanalyse (AP1), die Filamentforschung (AP2) und die Prozessierung (AP3).
Im Rahmen von AP1 wurden zu Beginn die spezifischen Anforderungen an die Materialien definiert, die für die medizinischen Anwendungen erforderlich sind. Dies umfasste die Erstellung von Lasten- und Pflichtenheften sowie die Definition von Anwendungsfällen. In AP2 lag der Fokus auf der Entwicklung und Charakterisierung neuartiger PEEK-Compounds, einschließlich der Herstellung von Filamenten aus diesen Materialien. Hierbei wurden verschiedene Kohlefaseranteile getestet, um die mechanischen Eigenschaften zu optimieren.
Das Projekt hat alle festgelegten Meilensteine erfolgreich erreicht, und es gab keine wesentlichen Abweichungen vom ursprünglichen Arbeits-, Zeit- oder Finanzplan. Die regelmäßigen Fortschrittsberichte bestätigen, dass die Arbeiten planmäßig vorangeschritten sind und die Projektziele erreichbar waren. Es wurden lediglich kleinere Anpassungen im Arbeitsplan vorgenommen, um auf unerwartete Herausforderungen in der Materialentwicklung zu reagieren, die jedoch nicht zu signifikanten Verzögerungen führten.
Die enge Zusammenarbeit mit den Partnern, insbesondere in den Bereichen Materialentwicklung und additive Fertigung, hat sich als entscheidend für den Erfolg des Projekts erwiesen.

3. Wesentliche Ergebnisse sowie ggf. Zusammenarbeit mit anderen Forschungseinrichtungen

Das Projekt PEEKurious hat bedeutende wissenschaftlich-technische Ergebnisse zur Entwicklung innovativer PEEK-basierter Implantate erzielt. Es wurden neue Materialvarianten wie kohlefaserverstärktes, osteokonduktives und bariumsulfathaltiges PEEK identifiziert und erfolgreich zu Filamenten verarbeitet. Herausforderungen bei der Filamentherstellung, insbesondere Lufteinschlüsse, wurden durch Optimierungen in der Compoundierung und Extrusion adressiert, was die Materialdichte

und Filamentqualität verbesserte. Die Untersuchungen zur 3D-Druckstrategie zeigten, dass die mechanischen Eigenschaften der Materialien für Implantate geeignet sind, und in bestimmten Vorzugsrichtungen die Eigenschaften von Spritzgussmustern übertreffen können. Zellversuche bestätigten die gute Osteokonduktivität der neuen PEEK-Materialien, ohne bislang erkennbare zelltoxische Effekte, was für die Biokompatibilität und Zulassungen von Implantaten entscheidend ist. Insgesamt hat das Projekt wertvolle Erkenntnisse über die Verarbeitung und Eigenschaften von PEEK-Compounds gewonnen, die für zukünftige medizinische Anwendungen von großer Bedeutung sind. Die intensive und erfolgreiche Zusammenarbeit der Unternehmen Kumovis, Evonik, KLS Martin, StimOS hat sich als wesentlicher Faktor für die Erreichung der Projektziele erwiesen.

Teil II: Eingehende Darstellung

Das Projekt PEEKurious zielte darauf ab, innovative Lösungen für die Entwicklung von PEEK-basierten Implantaten zu erforschen und zu realisieren. Durch die Kombination von neuartigen Materialinnovationen, wie kohlefaserverstärktem PEEK, osteokonduktivem PEEK und Bariumsulfat-haltigem PEEK, sowie fortschrittlichen Verarbeitungstechniken im 3D-Druck, sollten die mechanischen Eigenschaften und die Biokompatibilität der Implantate signifikant verbessert werden. Die bisherigen Ergebnisse zeigen, dass verschiedene Filamente erfolgreich hergestellt und deren mechanische Eigenschaften umfassend charakterisiert wurden, womit die Projektziele der entsprechenden Teilvorhaben erfolgreich erreicht werden konnten.

1. Darstellung der Verwendung der Zuwendung sowie der erzielten Ergebnisse

Die in dem Projekt basierend auf AP1 identifizierten relevanten Basiscompounds (AP 2.1) wurden nach Stand in AP2 weiter erforscht. Zu unterscheiden ist, ob der Compound zu Projektbeginn bereits verfügbar, bzw. kommerziell erhältlich war, oder noch entwickelt werden musste (Tabelle 1).

Tabelle 1: Status der Compound und Filamentverfügbarkeit zu Beginn des Projektes 2021

Beschreibung	Stand Verfügbarkeit Granulat	Stand Filamentverfügbarkeit	Kommentar
Ungefülltes PEEK	VESTAKEEP i4 G kommerziell	VESTAKEEP i4 3DF kommerziell	Als Basis und Referenz genutzt
Röntgensichtbares PEEK	VESTAKEEP iC4520 G kommerziell	Noch nicht extrudiert	
Osteokonduktives PEEK	VESTAKEEP iC4800 G kommerziell	Noch nicht extrudiert	
Kohlefaser-verstärktes PEEK	Noch nicht verfügbar	Noch nicht verfügbar	

Da nur für das Kohlefaserverstärkte PEEK noch kein kommerzielles Granulat verfügbar war, wurde im Rahmen der Erforschung neuartiger Compoundmaterialien, der Fokus auf die Erforschung eines geeigneten Kohlefaserverstärkten PEEKs gelegt.

1.1 Erforschung neuartiger Kompositmaterialien (AP 2.2)

Da bisher noch kein kohlefaserhaltiges PEEK Filament verfügbar war, dass für die Verwendung für Implantate geeignet ist, wurde hier eine neue Rezepturentwicklung gestartet und sowohl verschiedene Kohlefasern als auch verschiedene Kohlefasergehalte erforscht.

Es wurden Materialien mit verschiedenen Kohlefasern (3 verschiedene Fasern) und Füllstoffgehalten (10 verschieden CF-Anteile zwischen 10 und 30%) getestet und verglichen. Kriterien und Unterschiede bei der Auswahl und Testung der verschiedenen Kohlefasern waren:

1. Art und Länge der eingesetzten Kohlefasern
2. Voraussetzungen zum Einsatz der Fasern für Implantate sind vom Hersteller erfüllt
3. Verarbeitbarkeit bei der Herstellung der PEEK-Kohlefaser Compounds und Filamente
4. Mechanische Eigenschaften der PEEK-Kohlefaser Compounds
5. Materialverfügbarkeit

Grundsätzlich war es möglich für alle Kombinationen Granulate herzustellen und entsprechend an Spritzgussmustern zu charakterisieren. Die Parameter schwanken stark in Abhängigkeit der Faser-Type und Faser-Gehalt, illustrieren aber anschaulich das Optionsfenster der zu erreichenden Eigenschaften für das Granulat. Prinzipiell besteht ein weitestgehend linearer Zusammenhang zwischen den Eigenschaften und dem Faser-Gehalt, wobei sich die Steigung je nach Faser-Type unterscheidet. Außerdem ist allgemein festzuhalten, dass mit steigendem Faseranteil die Steifigkeit des Materials stark zunimmt, dies allerdings auch mit einer steigenden Sprödigkeit einher geht. Den Zusammenhang zwischen der Steifigkeit und dem Füllgrad an Kohlefaser ist in Abbildung 1 dargestellt, während Die

Spanne der Eigenschaften in Tabelle 2 zusammengefasst ist.

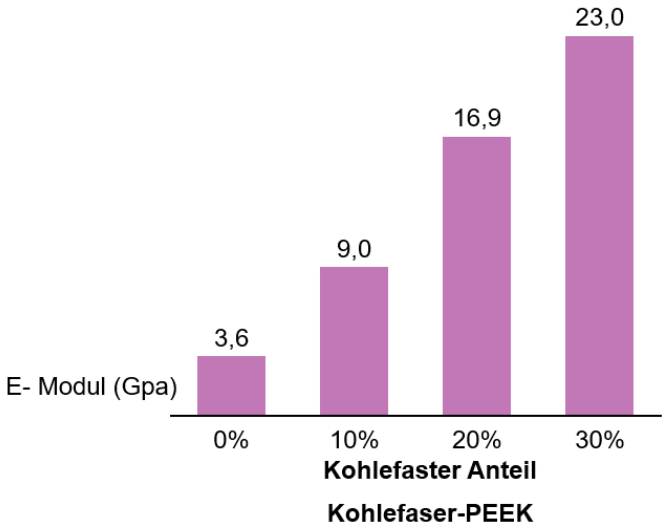

Abbildung 1: Zusammenhang zwischen den mechanischen Eigenschaften (Steifigkeit – e-Modul) und dem Füllgrad an Kohlefaser im PEEK Compound

Tabelle 2: Spanne von Eigenschaften an Spritzgusskörpern bestimmt mit 3 verschiedenen Fasertypen und 10 verschiedenen Fasergehalten.

Parameter	Range
Carbon Fiber content [wt%]	10-30
E-Modulus [GPa]	7,8 – 24,5
Stress at Break [MPA]	107,8 – 236,4
Elongation at break [%]	1,8 – 6,7
Charpy Impact [kJ/m^2]	48,4 – 91,8
Charpy Notched Impact [kJ/m^2]	5,9 – 9,2
MVR (400°C/21,6 kg) [cm^3/10min]	28,8 – 76,2

Die Herstellung der Filamente mit den neuen Granulaten wurde in AP 2.3 erforscht und die Verdruckbarkeit in AP 3.1 untersucht.

Auch wenn die Untersuchungen am Granulat unauffällig waren, hat sich beim Test der Verdruckbarkeit in AP3.1 gezeigt, dass die Ergebnisse für die verschiedenen CF-Gehalte nicht konsistent waren.
Als Ursache konnte identifiziert werden, dass das Granulat und das Filament noch Lufteinschlüsse enthielt. Bei den hohen Drücken in der Spritzgussverarbeitung ist dies nicht besonders aufgefallen. Bei der Extrusion und dem Filamentdruck handelt es sich allerdings um weitestgehend Druckneutrale Prozesse, so dass die eingeschlossene Luft nicht entweichen oder komprimiert werden konnte. Basierend auf diesen Erkenntnissen wurden verschiedene Optimierungen evaluiert. Diese umfassten unter anderen:

1. Nutzung einer größeren Produktionsanlage (Compounder) anstelle einer kleineren Versuchsanlage
2. Reduzierung des Durchsatzes
3. Zusätzliche Entlüftung des Zustroms
4. Alternative Entgasung
5. Anpassung der Schneckenkonfiguration zur Optimierung des Energieeintrages

In ersten Vorversuchen konnte gezeigt werden, dass die verschiedenen Maßnahmen erfolgreich waren und so die Luft in Granulat deutlich reduziert bzw. vermieden werden. Basierend auf den Optimierungen und Rückmeldung der Projektpartner wurde entschieden, aus der Bandbreite der Optionen mit folgenden CF-Anteilen fortzufahren:

- 12% Kohlefaser

- 20% Kohlefaser

1.2 Extrusion von Filamenten (AP 2.3)

Die Extrusion von PEEK zu Filamenten mit 1,75 mm Durchmesser war zu Projektbeginn bereits etabliert, und kommerzielle Produkte werden regelmäßig hergestellt.
In diesem Projekt war aber zu evaluieren, inwieweit PEEK-Compounds mit einem anorganischen Füllstoff zu Filamenten extrudiert werden können. Zunächst wurde grundsätzlich getestet, wie ein Filament mit anorganischem Füllstoff zum Filament extrudiert werden kann. Hierfür wurde das röntgensichtbare Material VESTAKEEP iC4520 mit 20% Anteil an Bariumsulfat eingesetzt. Nachdem die Versuche gezeigt haben, dass eine Filamentherstellung gut möglich ist, wurde dies auch für das osteokonduktive VESTAKEEP iC4800 mit BCP (biphasisches Calciumphosphat) übertragen und es konnten Filamente hergestellt und den Projektpartnern zur Verfügung gestellt werden.

Im Falle der Kohlefaser PEEK Compounds war eine umfangreichere Untersuchung und Optimierung der Extrusion erforderlich. Grundsätzlich war eine Extrusion aller verschiedener Compounds möglich, der Faseranteil führt jedoch zu einer deutlich raueren Oberfläche des Materials und die Sprödigkeit des Filaments nimmt signifikant zu. Aufgrund der hohen Sprödigkeit des Filaments, konnte bis zu einem maximalen Gehalt von 20% Kohlefaser extrudiert, und auf Spulen gewickelt werden. Für höher gefülltes Material war eine Extrusion zwar möglich, das erhaltene Filament konnte allerdings nicht auf eine Spule gewickelt werden und konnte daher auch nicht für Druckversuche eingesetzt werden.

Als weitere Herausforderung für einen erfolgreichen 3D Druck wurden im Laufe des Projektes Lufteinschlüsse identifiziert. Daher wurde ein besonderes Augenmerk auf die Dichte der Filamente im vgl. zu Granulat und Spritzguss Mustern gelegt. Insbesondere durch die Optimierung konnte der Anteil an Lufteinschlüssen im Granulat und Filament minimiert werden. Für einen Anteil von 30% Kohlefaser war es technisch nicht möglich die Luft in Granulat und Filament vollständig zu vermeiden.

Eine vergleichende Dichtemessung wurde am Zugstab (Spritzguss), Granulat und Filament durchgeführt (Tabelle 3).

Tabelle 3: Vergleich verschiedener Dichte Messungen an Kohlefaserhaltigen PEEK [g/cm^3]

Sample	CF-content	State	Density I	Density II	Density III	Ø
J4505545#23-0001	12%	tensile bar	1,334	1,333	1,333	**1,333**
J4505545#27-0001	12%	granules	1,331	1,332	1,332	**1,332**
J4505545#29-0001	12%	filament	1,345	1,328	1,328	**1,334**
J4505545#23-0002	20%	tensile bar	1,362	1,361	1,360	**1,361**
J4505545#27-0002	20%	granules	1,357	1,356	1,354	**1,356**
J4505545#29-0002	20%	filament	1,301	1,302	1,300	**1,301**
J4505545#23-0002	30%	tensile bar	1,404	1,405	1,404	**1,404**
J4505545#27-0002	30%	granules	1,321	1,318	1,322	**1,320**

1.3 Erforschung der Osteokonduktivität (AP2.4)

Im Rahmen des Projektes wurde die Osteokonduktivität von gedruckten Teilen aus VESTAKEEP iC4800 3DF durch die Projektpartner Kumovis und KLS Martin untersucht. In Kooperation mit Kumovis wurde die Bioaktivität der gedruckten Oberfläche über eine *in-vitro* Studie mit Osteoblasten untersucht und somit die Osteokonduktivität der Oberfläche dargestellt. Die Untersuchung wurde mit primären humanen osteoblasten (HOB) durchgeführt. Die Vitalität (%) und Zelladhäsion wurden auf gedruckten PEEK Mustern i4 (ungefüllt) und iC4800 (BCP-gefüllt) bestimmt. $5x10^5$ HOB Zellen wurden direkt auf den Mustern für 72h Stunden inkubiert. Die Zelladhäsion wurde über die Fluoreszenzintensität nach Inkubation der Zellen mit CellQuanti Blue Reagenz bestimmt. Die Zellviabilität ist in Abbildung 2 dargestellt:

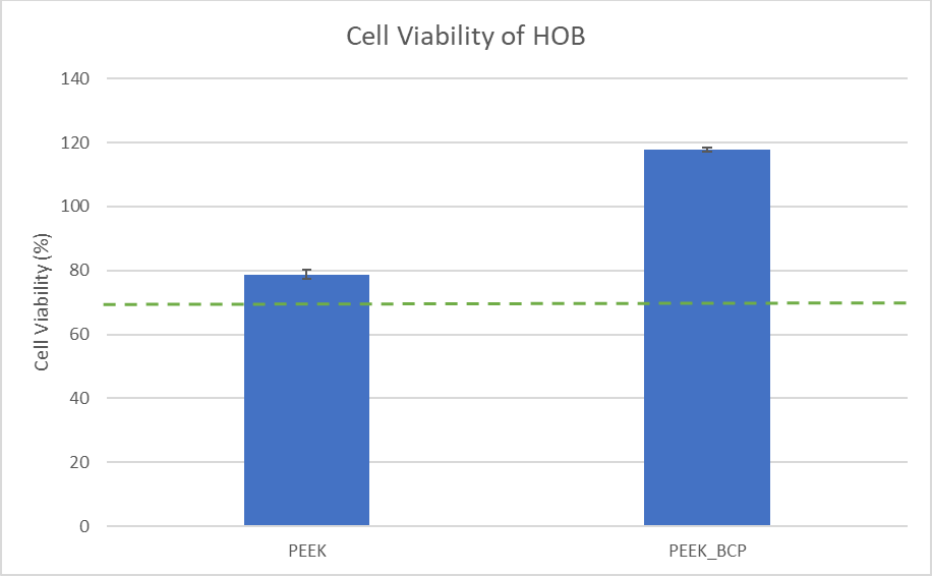

Abbildung 2: Vergleich der Zellviabilität von gedrucktem Muster i4 (ungefüllt, links) und iC4800 (BCP, rechts)

Die Ergebnisse zeigen, dass die gedruckte Oberfläche mit BCP haltigem PEEK eine signifikant höhere Viabilität zeigt (über 30% Steigerung) und damit deutlich die osteokonduktive Eigenschaft der Oberfläche im Vergleich zu dem nicht gefüllten PEEK zeigt (Abbildung 6).

Neben der quantitativen Analyse der Viabilität wurde die Adhäsion und Morphologie auch mittels Fluoreszenzmikroskopie ermittelt (Abbildung 3a-d).

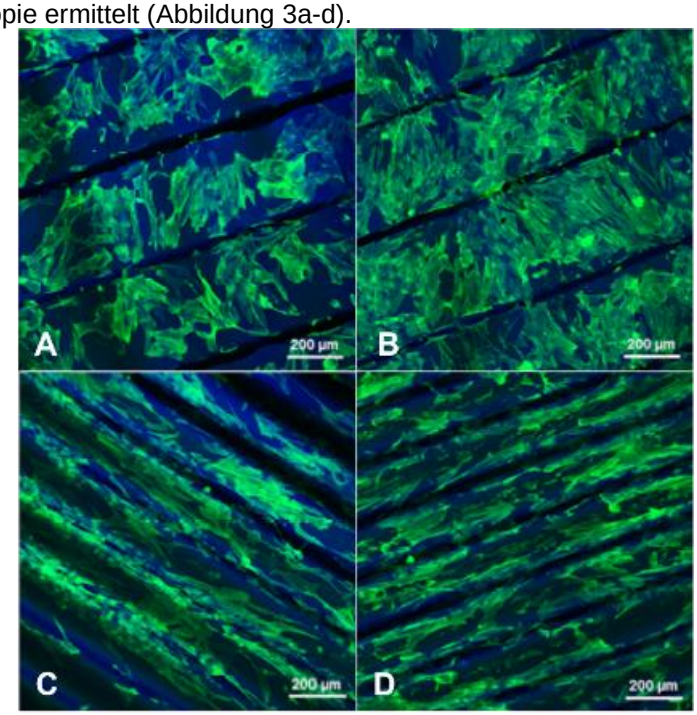

Abbildung 3a-d: Quantitative Analyse der Viabilität (Bestimmung der Adhäsion und Morphologie durch Fluoreszenzmikroskopie)

Die Abbildung zeigt deutlich, wie sich die Zellen entlang der gedruckten Oberfläche differenzieren und ausbreiten, was durch die osteokonduktiven Eigenschaften erreicht wird.

1.4 Erprobung der Verdruckbarkeit (AP 3.1)

Die Erprobung der Verdruckbarkeit wurde intensiv für das BCP haltige VESTAKEEP iC4800 und die neuen Kohlefaser-PEEK Filamente, gemeinsam mit Kumovis, untersucht.

Fragestellungen für das anorganisch gefüllte VESTAKEEP iC4800 mit BCP waren:

1. Verdruckbarkeit und mechanische Eigenschaften
2. Beeinflussung der Oberflächenrauigkeit durch unterschiedliche Druckstrategien
3. Biologische Aktivität an der gedruckten Oberfläche

Es hat sich gezeigt, dass das gefüllte Material sehr gut zu verdrucken ist. Dabei konnten dieselben Einstellungen verwendet werden, wie mit ungefülltem PEEK. Die mechanischen Eigenschaften wurden Anhand von Zugstäben ermittelt (i4 links und iC4800 rechts in Abbildung 4):

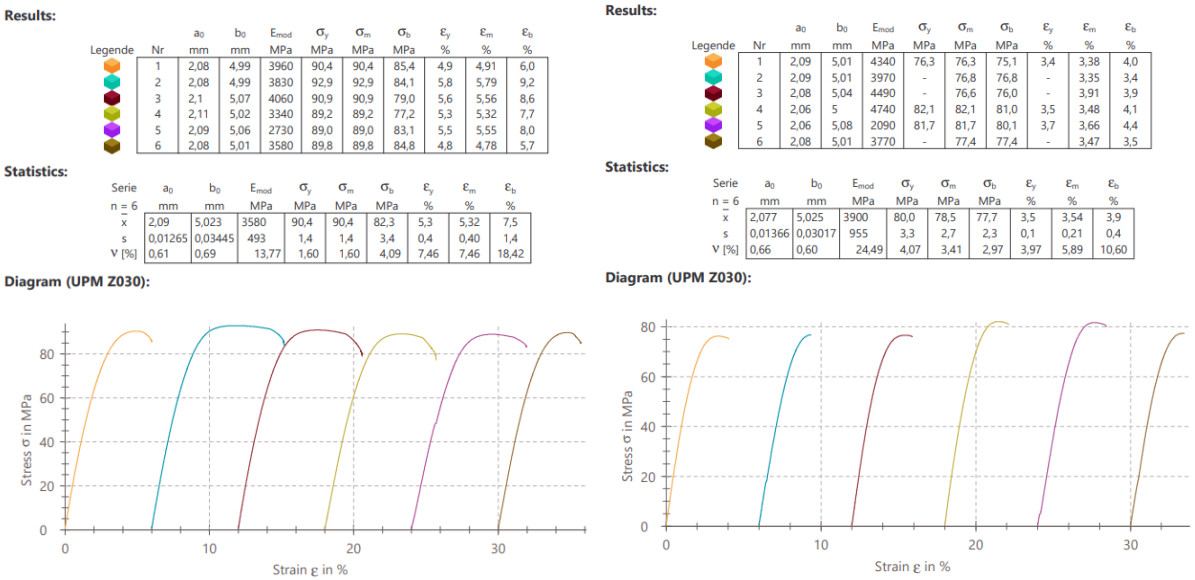

Abbildung 4: Mechanische Eigenschaften von ungefülltem und BCP-gefülltem PEEK (i4 links und iC4800 rechts)

Die Ergbenisse der mechanischen Test zeigen eine sehr gute Reproduzierbareit und die ermittelten Werte liegen sehr nahe an den mechanischen Eigenschaften von aus dem Spritzugss hergestellten Prüfkörpern. Im Vergleich zu ungefülltem Material zeigen die Daten den typischen Trend, dass das Material etwas steifer ist (höheres e-modul), sich aber auch etwas spröder verhält. Die relativen Unterschiede aus dem 3D Druck für i4 und iC4800 entsprechen dabei denen, wie sie aus dem Spritzguss und den allgemeinen Datenblättern für das Material bereits bekannt sind.

Im Weiteren wurden verschieden Strukturen gedruckt, um unterschiedliche Oberflächenrauigkeiten und Topologien über den Druckprozess zu erreichen, und mit Licht- und Elektronenmikroskopie analysiert.

Die Analyse von Querschnitten der unterschiedlichen Muster mittels Elektronenmikroskop zeigt deutlich, dass bei einer höheren Rauigkeit direkt über den Druckprozess Strukturen wie „Berge und Täler“ von 200-250 µm erzeugt werden können, die ca. 4-fach so „hoch“ sind wie bei einer gleichmäßig flach gedruckten Struktur mit einheitlich ~50 µm. Es sind außerdem deutlich die Partikel zu erkennen, diese zeigen den homogen in die Polymermatrix integrierten anorganischen Füllstoff BCP (Abbildung 5).

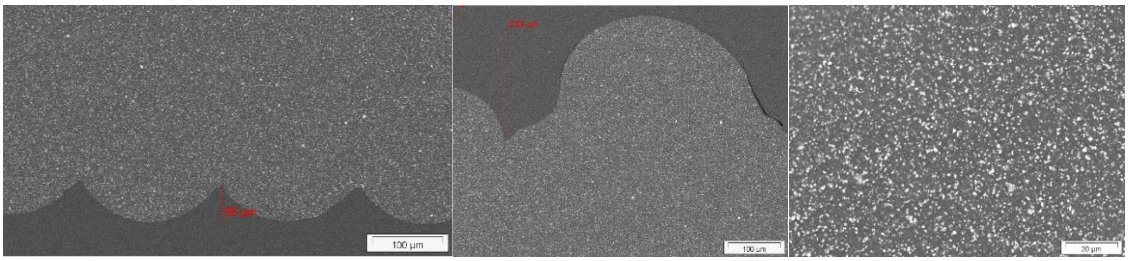

Abbildung 5: Querschnitte der verschieden gedruckten Partikel

Entsprechend Abbildung 4 haben die einzelnen Partikel eine größe von ca. 1 µm. Sie sind direkt auf der Oberfläche zu erkennen und sind sehr homogen im Material verteilt ohne Aggregate zu bilden.

Als weiterer Test wurde chemisch Calcium und Phosphat bestimmt. Da Calciumphosphat dafür bekannt ist, dass es sich bei niedrigen pH Werten löst, wurden Muster in 0,1M HCl Lösung für 24h bei Raumtemperatur inkubiert. Dabei wurde das an der Oberfläche verfügbare Calcium und Phosphat gelöst. Im Anschluss wurden Calcium und Phosphat mittels ICP-MS analysiert und bestimmt. Es konnte gezeigt werden, dass BCP direkt nach dem Druckprozess an der Oberfläche verfügbar ist.

Der Druck der Kohlefaser-PEEK Filamente wurde ebenfalls mehrfach bei Kumovis durchgeführt und getestet. Grundsätzlich war der Druck mit allen zur Verfügung gestellten Filamenten möglich. Eine Optimierung wurde geräteseitig bei Kumovis durchgeführt, um einen ausreichenden Vorschub des Filaments darstellen zu können – siehe entsprechendes TVB.
Basierend auf den Ergebnissen und dem Feedback wurden Optimierungen in der Compoundierung und Extrusion, wie entsprechend in AP 2.2 und 2.3 beschrieben, durchgeführt.

Für die optimierten Varianten wurden durch Kumovis Drucktests mit verschiedenen Druckstrategien (in ZX- und XY-Richtung) und Mustern (tensile bar and flexural bar) in AP 3.1 durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 zusammengefasst.

Tabelle 4: Vergleich wichtiger mechanischer Eigenschaften zwischen Spritzguss und gedruckten Mustern. VESTAKEEP iC4612 mit 12% Kohlefaser und VESTAKEEP iC4620 mit 20% Kohlefaser.

		iC4612				iC4620				iC4630
parameter	unit	injection molding	XY printing	XZ printing	ZX printing	injection molding	XY printing	XZ printing	ZX printing	injection molding
tensile bar		1A	1BA	1BA	1BA	1A	1BA	1BA	1BA	
density		1,332/1,33	1,334			1,356/1,361	1,301			1,404
		(granules/bar)	filament (density Evonik data)			(granules/bar)	filament (density Evonik data)			
e-modulus	MPa	12.025	10.465	14.004 / 9.655	4.571	17.149	13.166	18.592 / 12.450	4.500	24.533
yield stress	MPa	177,2	155	191 / 145	90,6	-	156	204 / 154	85	-
yield strain	%	2,69	3,03	2,85	3,53	-	2,95	2,48 / 2,34	2,79	-
stress at break	MPa	176,9	153	190 / 143	88,8	207,1	156	204 / 153	80,9	236,4
Elongation at break	%	2,71	3,05	2,88	3,53	1,87	2,96	2,48 / 2,35	2,79	1,65
flexural modulus	MPa			9.800				12.100		
flexural stress at conv. Deflection	MPa			230				247		
conv. Deflektion	%			3,12				2,59		

Die Ergebnise zeigen, dass erwartunggemäß die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit der Druckstrategie stark schwanken. Neben dem unterschiedlichen Aufbau der Lagen hat hier die unterschiedliche Orientierung der Fasern, und das daraus resultierende anisotrope Verhalten, hier einen starken Einfluss. Die mechanischen Eigenschaften können aber auch hier mithilfe der Druckstrategie gesteuert werden. Dies ermöglicht weitere Designmöglichkeiten in späteren Anwendungen. Besonders fällt auf, dass bei Druck in XZ-Richtung die mechanischen Eigenschaften von gedruckten Prüfkörpern sogar höher lagen als bei den Ergebnissen aus dem Spritzguss.

1.5 Erreichung der Meilensteine

Es wurden alle Aspekte zum Erreichen der Halbzeitmeilensteine erfüllt:

Meilenstein	Status
Mindestens zwei neuartige Compoundmaterialien konnten hergestellt werden.	Insgesamt 14 neue Compounds mit 3 verschiedenen Kohlefasern und Anteilen von 10-30% wurden hergestellt. Zusätzlich wurden bereits vorhandene Compounds (mit BCP oder Bariumsulfat) als Filament den Partnern bereitgestellt.
Die mechanischen Eigenschaften der neuen Compoundmaterialien wurden bestimmt.	Alle Compounds wurden umfangreich materialtechnisch charakterisiert und Zug und Biegeversuchen durchgeführt.
Im Falle der Faserverstärkung muss eine e-Modul von über 15 GPa und eine Bruchdehnung von min. 200 MPa erreicht.	E-module zwischen 6,8 – 22,5 GPa und Bruchspannung zwischen 108-219 MPa wurde für die verschiedenen CF-Compounds erreicht (Spritzguss).
Mindestens drei unterschiedliche Filamente in Mengen von je über 200 g liegen vor.	Insgesamt 9 Compounds konnten erfolgreich zu Filament (>5kg) extrudiert werden. Alle 9 Compounds wurden Kumovis für Tests zur Verfügung gestellt.

2. Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Die größte Kostenposition war Personalkosten, gefolgt von Kosten für innerbetrieblicher Leistungen. Zudem sind Ausgaben für Material, Reisen und Versuchsreihen zur Herstellung von Filamenten durch die GEHR GmbH angefallen. Die Gesamtvorkalkulation wurde um 10 % unterschritten. Den zahlenmäßigen Verwendungsnachweis hat Evonik bereits separat beim Projektträger VDI-TZ eingereicht.

3. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeiten

Die beschrieben Arbeiten und Ergebnisse haben neue Material-basierte Lösungswege für die Verbesserung von PEEK-basierten Implantaten eröffnet, und leisten somit einen wichtigen Beitrag für den medizinischen Fortschritt.

Für die Erreichung der Projektziele war die Wertschöpfungsketten-übergreifende Arbeit der Projektpartner eine wesentliche Grundvoraussetzung um einerseits das notwendige Kompetenzspektrum von Material, Verarbeitung im 3D Druck und medizinische Anwendung vollständig abzudecken, und weiterhin frühzeitig Risikofaktoren für die kommerzielle Verwertung zu erkennen.
Die Kombination der erarbeiteten PEEK Materialinnovationen (Kohlefaser, Bariumsulfat, Biphasisches Calciumphosphat) und der Prozessinnovation (Verarbeitung als Filament im 3D Druck) eröffnet neue Möglichkeiten und Perspektiven, birgt aber auch eine Vielzahl von Entwicklungsrisiken für die Projektbeteiligten. In den Arbeitspaketen des Projektes wurden die wesentlichen erfolgskritischen Fragestellungen in angemessenem Umfang erforscht:

1. Materialauswahl und -optimierung: Die Identifikation und Entwicklung geeigneter PEEK-Varianten, einschließlich kohlefaserverstärktem PEEK und osteokonduktivem PEEK, wurden hinsichtlich ihrer Eignung für Implantatanwendungen erfolgreich erforscht
2. Prozessierung und Filamentherstellung: Die Explorierung der Extrusionsprozesse für die Herstellung von Filamenten aus den neuen Compounds waren kritisch, um die Verdruckbarkeit und die mechanischen Eigenschaften der Materialien sicherzustellen
3. Biokompatibilität und mechanische Validierung: Die umfassende Charakterisierung der neuen Materialien hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften und der biologischen Fragestellungen der Adhesion und Viabilität von Osteoblasten war notwendig, um

sicherzustellen, dass die entwickelten Implantate den klinischen Anforderungen entsprechen können und Perspektiven auf einem langfristigen und medizinischen Nutzen für die Patienten aufweisen

Diese Punkte verdeutlichen die Komplexität und die Herausforderungen, die im Rahmen des Projekts PEEKurious bewältigt wurden, um innovative Lösungen für die Medizintechnik zu entwickeln.
Die durchgeführten Arbeiten wurden in einem angemessenen Umfang erforscht, da sie direkt auf die Erreichung der Projektziele abzielten. Die Fortschritte in den Zwischenberichten zeigen, dass die gesetzten Ziele erreicht wurden und die Arbeiten im Zeitplan lagen. Die Zusammenarbeit mit verschiedenen Partnern im Konsortium ermöglichte eine effiziente Ressourcennutzung und den Austausch von Fachwissen, was die Qualität der Ergebnisse verbesserte. Die Flexibilität des Projektteams, auf Herausforderungen (wie z.B. den beobachteten Lufteinschlüssen der Kohlefaser-verstärkten Materialien) zu reagieren und kontinuierlich an der Optimierung der Prozesse zu arbeiten, unterstreicht die Angemessenheit des Aufwands.

4. Voraussichtlicher Nutzen und Fortschreibung des Verwertungsplans

Im Rahmen des Projektes konnten wesentliche neue Materialcompounds für Filamente, inkl. der Verdruckbarkeit, erforscht und charakterisiert werden, sowie in-vitro Studien durchgeführt werden.

Bei Evonik sind die erforderlichen Anlagen und Kapazitäten in kommerziellem Maßstab vorhanden, um die in diesem Projekt erforschten neuen Produkte auch industriell herzustellen. Mit den Produktionskapazitäten in Deutschland und Asien ist es möglich den Markt mit neuen Produkten zu bedienen. Eine Ausweitung der Produktion auf weitere globale Standorte ist zudem möglich.

Für die Produktion der neuen Compounds im Medical Grade müssen diese in das bestehende Qualitätsmanagement aufgenommen werden und die neuen Herstellprozesse entsprechend validiert werden. Das integrierte Qualitätsmanagement, die regulatorischen Kompetenzen und das benötigte personelle Know-how sind bei Evonik in Deutschland vorhanden. In Verbindung mit dem integrierten Qualitätsmanagement, regulatorischen Kompetenzen und dem benötigten personellen Know-how bieten diese Standorte die Basis für eine spätere Produktion der PEEK-Compounds.

Durch eine Vielzahl an namhaften Unternehmen im Bereich der Endoprothetik bzw. Implantat-Herstellern ist Deutschland weltweit bereits ein in der Medizintechnik angesehener Standort. Innovative Forschung für das mögliche Material der Zukunft - PEEK - hilft technische Vorsprünge gegenüber anderen Nationen weiter auszubauen und den Innovationsstandort Deutschland weitere Bedeutung zu verleihen.

Die bereits gestartete, und im weiteren Verlauf geplante, Verwertung der Ergebnisse umfasst Präsentationen auf Messen und Konferenzen, wissenschaftliche Publikationen, die Einreichung von Patenten und/oder Gebrauchsmustern.

5. Darstellung des während der Durchführung des Vorhabens dem Zuwendungsempfänger bekannt gewordenen Fortschritts auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Die während der Projektlaufzeit erforschten neuen Filamente für Implantate stellen weltweit ein Alleinstellungsmerkmal für Evonik dar. Es gibt bisher noch keinerlei Wettbewerber, die PEEK Filamente für Implantatherstellung mit Bariumsulfat oder Kohlefaser anbieten.
Noch zu Projektbeginn war Evonik die weltweit einzige Firma, die PEEK Filamente für die additive Fertigung für Implantate herstellt. Im Jahr 2024 hat die Firma Invibio Ltd, in England, ebenfalls ein ungefülltes PEEK Filamente für Implantate vorgestellt und im Frühjahr 2025 ein Filament mit Calciumphosphat. Durch die grundlegenden Arbeiten hat Evonik aber einen darüber hinausgehenden technologischen Fortschritt und Vorsprung, der auch maßgeblich durch die in diesem Projekt erzielten Ergebnisse, erreicht werden konnte.

6. Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses

Bereits während der Projektlaufzeit wurden verschiedene Ergebnisse aus dem Projekt von Evonik und/oder den Partnern gemeinsam veröffentlicht. Dies umfasst vor allem öffentlich zugängliche Whitepaper und Präsentationen auf Konferenzen. Weitere Veröffentlichungen sind geplant. Darüber hinaus werden auch, auf den Ergebnissen aufbauende, weiterführende Untersuchungen durchgeführt und veröffentlicht. Eine Auswahl der erfolgten Veröffentlichungen zeigt Tabelle 5.

Tabelle 5. Auswahl erfolgter Veröffentlichungen im Rahmen des Projektes.

Datum	Format	Kongress	Erreicht Personenzahl
Juni 2022	Congress Presentation and Proceedings	Combined UHMWPE, PEEK,& POLYMER IMPLANT ADDITIVE	~500
Oktober 2022	Whitepaper / Press release	Website	>1000
September 2023	Customer Day	Presentation	~100
Juni 2024	Congress Presentation and Proceedings	Implant Polymers Conference	~500
November 2024	Congress Presentation and Preceedings	Meet the Expert - Implant	~500
Mai 2025	Congress Presentation	Rapid-tech3D Erfurt	~500

Zusätzlich wurden für die international führenden Leitmessen für Medizintechnik (COMPAMED, Düsseldorf) und 3D Druck (Formnext, Frankfurt) Präsentationsbeiträge erarbeitet und der Fachwelt in Vorträgen vorgestellt. Darüber hinaus haben die Ergebnisse einen wichtigen Beitrag für die Marketing-wirksame Präsentation der Kohlefaser-verstärkten PEEK Materialien auf dem Evonik-Messestand der Compamed 2024 geliefert, die Forscher und Entwickler auf das neue 3D-druckbare Material aufmerksam gemacht haben. Abbildung 6 zeigt hierzu eine Darstellung des neuen Filamentmaterials und beispielhaften Implantaten die daraus gefertigt werden können.

Abbildung 6: Filamentspule (links oben) und beispielhafte Implantate, die aus Kohlefaser-verstärktem PEEK Filament gedruckt werden können.

Die Ergebnisse liefern darüber hinaus die Grundlage für weiterführende Arbeiten und Publikationen, die sich aus der zukünftigen, insbesondere kommerziellen, Verwertung der Ergebnisse ergeben werden, z.B. in der klinischen Forschung und Entwicklungen neuer Implantate basierend auf Kohlefaser-gefüllten PEEK Filamenten.