[UCI]I804:24011-200000233022

2006년 8월
석사학위논문

양극산화 처리된 Ti-Nb합금의 표면 특성

조선대학교 대학원

치 의 학 과

윤 창 섭

양극산화 처리된 Ti-Nb합금의 표면 특성

Surface Characteristics of Anodized Ti-xNb Alloys

2006年 8月　日

조선대학교 대학원

치 의 학 과

윤 창 섭

양극산화 처리된 Ti-Nb합금의 표면 특성

지도교수　고 영 무

이 논문을 치의학 석사학위 논문으로 제출함.

2006년 4월　일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

윤 창 섭

윤창섭의 석사학위 논문을 인준함.

위원장	조선대학교	교 수	김 동 기	인
위 원	조선대학교	교 수	최 한 철	인
위 원	조선대학교	교 수	고 영 무	인

2006 년 5 월 일

조선대학교 대학원

목 차

영문초록 ····· iv

Ⅰ. 서 론 ····· 1

Ⅱ. 연구재료 및 방법 ····· 3

Ⅲ. 결과 및 고찰 ····· 5

Ⅳ. 결 론 ····· 9

참고문헌 ····· 10

표 목 차

Table 1. Surface roughness values of Ti-xNb alloy. 13

도 목 차

Fig. 1. Schematic diagram of anodizing cell. 13

Fig. 2. OM showing surface morphology of Ti-3Nb(a), Ti-20Nb(b) and Ti-40Nb(c). 14

Fig. 3. FE-SEM showing surface morphology of Ti-3Nb(a), Ti-20Nb(b) and Ti-40Nb(c). 14

Fig. 4. X-ray diffraction pattern of Ti alloys. (a) Ti-3Nb (b) Ti-20Nb (c) Ti-40Nb. 15

Fig. 5. SEM micrographs showing the surface morphology of anodized alloy. (a),(d) Ti-3Nb (b),(e) Ti-20Nb (c),(f) Ti-40Nb. 16

Fig. 6. XRD showing the elements of anodized Ti-xNb alloys. (a)Ti-3Nb (b)Ti-20Nb (c)Ti-40Nb. 17

Surface Characteristics of Anodized Ti-xNb Alloy

Yoon, Chang-Suep, D.D.S., M.S.D.
Director : Prof. Ko, Yeong-Mu, D.D.S., M.S.D., Ph.D.
Department of Dentistry,
Graduate School of Chosun University

In order to investigate the surface characteristics of anodized Ti-xNb alloy, the Ti containing Nb up to 3wt%, 20wt% and 40wt% were melted by using a vacuum furnace. The samples were cut and polished for surface roughness test and anodizing and then homogenized for 24 hr at 1050℃. And then titanium anodic oxide layer was formed on the specimen surface in an electrolytic solution of 1M phosphoric acid at constant current densities(0.3A/㎠) by anodizing method. The effect of Nb content on the pore size, the morphology and crystallinity of Ti oxide layer formed by the anodic oxidation method was investigated. Microstructural morphology, crystallinity, composition and surface roughness of oxide layer were observed by scanning electron microscopy(SEM) and X-ray diffractometer(XRD), Energy-dispersive spectrometer(EDS) and roughness tester, respectively.

These result are as follow :

1. The structure of alloy were changed from α-phase to β-phase with

increase of Nb content.

2. From XRD results, the structure of TiO_2 formed on the Ti-xNb surface was anatase, intensities of $TiNbO_4$, $TiNb_2O_7$ peak increased as Nb content increased, but intensity of TiO_2 peak decreased.

3. Surface roughness test and SEM results, pore size formed on surface and surface roughness decreased as Nb content increased.

4. Line analysis results, intensity of Ti peak was high in center of pore, whereas, intensity of O peak was high in outside of pore center.

Ⅰ.서 론

티타늄 및 그 합금은 우수한 내식성과 생체적합성을 가진 합금으로 매식재료로 이용되는 다른 금속재료에 비해 골과의 결합이 빠르고, 치과 수복용 재료로써 요구되는 기계적 성질을 가지므로 치아 결손부의 임플란트 재료로 널리 이용되고 있다.

임플란트 재료로써 티타늄이 갖는 우수한 특성은 공기 중에 노출되면 생성되는 산화피막에서 기인하는 것으로 알려져 있다(kasemo와 Lausmaa, 1985).

자연 산화피막은 2 ~ 5㎚정도의 두께를 보이며, 두께, 형상, 거칠기, 화학적 조성 등의 산화피막의 특성은 골조직과의 반응에도 영향을 미친다고 보고되고 있다(kasemo와 Lausmaa, 1985; Kasemo와 Lausma,1988).

그러나 자연적으로 형성된 산화막은 두께가 얇고 경도와 내마모성이 낮으며 많은 격자 결함을 지니고 있어 공식 등이 발생하기 쉬워 높은 생체활성을 유도하지 못한다. 따라서 최적의 골 유착을 얻기 위한 티타늄 임플란트 표면처리 방법에 대한 연구가 활발하게 진행되고 있다(Ban과 Matsuo, 1999). 임플란트의 표면의 형태, 화학적 조성 및 표면에너지를 변화시킴으로써 임플란트와 골과의 유착을 증가시키는 방법으로는 플라즈마 용사, 스퍼터링, 이온주입 등과 같은 건식 표면처리법과 침지 산화, 졸겔, 양극 산화 등과 같은 습식 표면처리법 등이 검토되어 왔다(Larsson, 1996 ; Mark, 1996 ; Pan, 1998 ; Nanci, 1998 ; Kilpadi, 1998 ; Lausmaa, 2001 ; Xiao, 2001). 최근 티타늄을 전기화학적으로 처리하는 방법 중 하나로 인산염과 칼슘이온을 함유하는 전해질 수용액 중에서 양극산화(anodic oxidation) 처리한 다음 이때 발생하는 절연파괴(dielectric breakdown) 현상을 이용하여 생성된 산화피막을 다공질화 처리하는 방법이 도입되었다. 순 티타늄은 내식성과 생체적합성이 우수하지만 티타늄 합금에 비해서 기계적 강도가 낮으므로 응력집중이 발생하는 부위에서는 제한적으로 사용되었으며, 생체용 합금으로 사용되고 있는 Co-Cr합

금, 316L 스테인리스강 및 Ti-6Al-4V 합금은 합금 원소의 독성, 알러지 문제 및 높은 탄성계수로 인한 응력차폐현상이 문제시 되고 있어(Kuroda 등, 1998 ; Shukla 등, 2005) 최근에는 생체용 합금 개발에 있어서 높은 강도, 내식성 및 낮은 탄성계수를 갖게 하는 방법으로 독성과 알러지 반응을 일으키는 원소를 대체하여 Nb, Ta, 및 Zr과 같은 합금원소를 첨가한 티타늄 합금 개발에 대한 연구가 활발히 진행 중 이지만(S. Mohammadi 등, 2001 ; Hironobu Matsuno 등, 2001) 표면에 양극산화법으로 표면거칠기를 부여 할 경우 Nb 함량이 양극산화 표면 특성에 미치는 영향에 대한 연구는 미미하다.

따라서 본 연구에서는 독성 및 알러지 반응이 없고 생체적합성이 우수한 Nb(niobium) 원소를 함량을 달리 첨가하여 Ti-Nb 이원계 합금을 제조하고, 인산(H3PO4) 수용액의 전해질을 이용하여 양극산화법에 의해 티타늄 합금 표면에 산화피막을 형성시킨 후, Nb 함량이 양극산화 표면 특성에 미치는 영향을 조사 하였다.

Ⅱ. 연구재료 및 방법

2-1. 연구재료

원 재료로 Cp-Ti(ASTM grade 2)를 사용하였으며 Nb은 99% 고 순도 괴를 작은 입자로 만들어 사용하였다. 시편 표면에 존재하는 산화피막과 불순물은 25% HF 용액에 20초 동안 침지 후 제거하여 양극산화 과정에서 불순물의 영향을 최소화 하고자 하였다.

2-2. 연구방법

2-2-1. 시편제작

시편을 주조하기 위해 각각의 조성을 무게 비(wt%)로 칭량한 후 수냉동(Cu) 하스(hearth)에 장입하여 10^{-3}torr의 진공분위기를 형성한 후 고순도 아르곤 가스를 챔버에 충전하고, 다시 진공을 유지하는 방법으로 챔버 내의 분위기를 Ar가스 분위기로 하였다. 그리고 챔버 내에 존재하는 산소를 최소화하기 위해 합금 용해 전 pure Ti를 먼저 용해하여 잔존하는 산소량을 최소화 하였다. 그 후 합금 용해 시 화학적 균질화를 위해 W(텅스텐) 전극봉을 회전시켜 시편을 6회 반복하여 용해하였고, 용해 전과 후의 중량차가 0.1% 이하인 것만을 선택하여 합금의 내부응력 제거와 가공조직을 회복하고 재결정시키기 위하여 1050℃에서 24시간동안 열처리를 하였다. 열처리가 끝난 시편은 10×15×1㎜의 크기로 제작하고 SiC 연마지로 grade #400～1200까지 연마 후 아세톤, 알코올, 증류수 순으로 10분간 순차적으로 초음파 세척하여 실험에 사용하였다.

2-2-2. 미세조직 관찰

주조 된 시편의 미세조직 관찰을 위하여 다이아몬드 절단기를 이용하여 적당한 크기로 절단한 후 1200 grit의 SiC 연마지까지 단계적으로 습식 연마하고 최종적으로 0.3㎛ 알루미나 분말로 연마 후 아세톤, 알콜 및 증류수 순서로 초음파 세척을 하였다. 준비된 시편은 Keller's 용액인 2㎖HF+3㎖HCl+5㎖HNO_3+90㎖H_2O에 침지하여 광학 현미경과 주사 전자 현미경을 통하여 미세조직을 관찰하였다.

2-2-3. 양극산화 처리

Ti-xNb 합금의 양극산화는 양극산화장치(KJPP-5003, KapJin, Korea)를 이용하여 처리하였으며 0.3A/㎠의 정전류 조건에서 20분간 실행하였다. 이때 사용된 전해액은 85% 인산(H_3PO_4) 수용액 1M을 사용하였다. 전해액의 균일한 상태를 유지하도록 저어주었고 25℃를 유지하였으며, 시편과 백금과의 거리는 60㎜로 유지하였다. Fig. 1에 본 연구에 사용된 양극산화 장치의 개략적인 구조를 나타내었다.

2-2-4. 합금의 표면 조직 및 거칠기 조사

시편의 표면 특성을 조사하기 위해 양극산화 전 후의 시편을 surface roughness test(M.SE-1700, Kasaka, Japan)로 평균거칠기(R_a)를 측정하였고, 주사전자현미경(S-4700, Hitachi, Japan)을 통해 거칠기에 따른 미세조직을 관찰하였다. 또한 XRD를 통해 표면에 형성된 산화물의 종류와 결정구조에 대하여 알아보았고 양극산화 시 발생하는 TiO_2 산화막에 형성된 기공은 EDS를 사용하여 분석하였다.

Ⅲ. 결과 및 고찰

3-1. 미세조직 관찰

Fig. 2는 Ti에 각각 3wt% Nb, 20wt% Nb 및 40wt% Nb를 첨가하여 진공 아크로로 합금을 제조하고 균질화 열처리 후 미세조직을 OM과 FE-SEM으로 관찰한 사진이다.

Fig. 2(a)의 조직은 백색의 등축상을 나타내고, Fig. 2(c)는 흑색의 침상을 보여준다. 이는 Nb의 함량이 증가함에 따라 백색의 상을 나타내는 α상이 감소하기 때문이며, 백색 등축상은 α상, 흑색의 상은 β상으로 추측된다. Fig. 3은 Nb 첨가량의 변화에 따른 미세조직을 FE-SEM으로 관찰한 모습을 보여주고 있다. Fig. 3(a)은 Nb을 3%첨가한 경우로 α상 사이에 불규칙한 상이 석출되었음을 알 수 있다. 이와 같은 상은 Fig. 2와 같이 흑색의 β상으로 판단되며 Nb 함량이 증가한 Fig. 3(b)와 같이 많은 β상이 존재함을 알 수 있었다. 40%의 Nb를 첨가한 Fig. 3(c)의 경우처럼 조대한 β단상은 Nb-Ti 계 합금의 미세조직과 유사한 형태를 보였다(S. M. Allameh 등, 2002).

Fig. 4는 Nb 첨가량에 따른 Ti-xNb 합금의 상분석을 위한 XRD 결과이다. 각 피크를 PCPD win 을 이용하여 해석한 결과 α상(hcp)과 β상(bcc)으로 확인되었다. 그림에서 Nb의 첨가량이 증가됨에 따라 β상이 증가함을 알 수 있으며, 40%의 Nb를 첨가한 경우에는 대부분이 β상의 피크가 존재함을 알 수 있었다. 즉, XRD를 통해 α상에서 β상으로 미세조직이 변화되는 것을 알 수 있었고, 그림은 Nb첨가량에 따라 β상이 증가함을 확인할 수 있었다. 특히 40%의 Nb를 첨가한 시편에서는 β상의 피크만이 존재함을 알 수 있었다. 이러한 결과로 Nb의 첨가에 따라서 β상의 증가되는 것으로, Nb가 Ti의 β안정화 원소임을 유추할 수 있었다. 또한 XRD 결과는 OM과 FE-SEM을 통한 미세조직과 일치하는 경향을 나태내고 있다.

3-2. 양극산화 피막의 표면 분석

Fig. 5는 Ti에 각각 3wt% Nb, 20wt% Nb 및 40wt% Nb를 첨가하여 제조된 합금을 열처리 후에 1M의 인산수용액(H3PO4)에서 0.3A/㎠ 정전류 하에서 20분간 양극산화 시킨 시편의 표면을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다.

표면의 다공질 피막에서는 직경이 1～4㎛에 달하는 미세 기공들이 관찰되었으며, 기공의 직경은 Nb 함량이 증가함에 따라 감소하는 양상을 보였다.

Fig. 6에서는 양극산화 된 시편의 표면을 EDS분석을 통해 line analysis한 결과이다. 시편 표면의 정량적인 분석 결과 Ti와 O의 peak가 주로 나타나는데 이는 양극산화 시 피막은 주로 TiO_2로 구성되어 있음을 나타내었다.

또한 미세기공의 안쪽에서는 Ti peak가 바깥쪽에서는 O의 peak가 더 높게 나왔는데 이러한 결과는 표면에 형성된 부동태 피막이 양극산화로 인하여 미세기공이 spark discharge에 의해 형성 되면서 다시 내부의 산화막이 파괴되어 기공이 형성되었기 때문이다. 양극산화피막의 성장과정은 금속의 표면에 먼저 매우 치밀한 초기산화피막이 생겨 이 층과 함께 시간이 경과함에 따라 전류흐름을 방해하는 barrier층이 되고, 그 이후 전압이 증가하면서 다공성 표면층을 생성시키면서 계속 성장해 가는데 치밀한 산화 피막 층이 형성 된 후 spark discharge에 의해 초기피막이 파괴되고 동시에 복원되면서, 초기산화피막이 국부적으로 가열되어 피막 표면에서 용해작용이 일어나고 이에 따라 이 barrier층의 밖에 spark discharge의 흔적이라 할 수 있는 무수한 기공이 생기면서 전체피막의 두께가 커지게 된다(손 등, 2000).

양극산화 처리에 따른 산화피막은 XRD 분석결과, 주 결정상은 anatase 상을 보였고 티타늄 표면에는 무정형, anatase, brookite, rutile 구조를 보이는 산화물이 공존 할 수 있으며, 일반적으로 안정한 구조는 rutile 상이 주된 산화물로 알려져 있다. Mattson과 Rolander(1985)는 무정형과 anatase 상의 결정성

이 낮다고 하였는데, 결정성이 낮을수록 반응성이 증가하므로 안정한 rutile상의 경우보다 anatase상이 임플란트 표면에는 유리할 것으로 생각된다.

티타늄의 산화피막은 TiO, TiO_2, Ti_2O_3등의 다양한 형태로 존재하며 TiO_2가 일반적인 산화피막의 형태이며 rutile, anatase, brookite로 서로 다른 결정구조를 가진다(Kasemo 등, 1985 ; Kasemo와 Lausma, 1988).

본 실험의 양극산화 조건에서는 anatase 결정구조를 가지는 산화피막이 형성되었고, 산화피막의 결정성은 양극산화조건에 따라 영향을 받음을 알 수 있었다. 또한 Nb함량이 증가함에 따라 TiO_2형태보다는 $TiNbO_4$, $TiNb_2O_7$과 같은 형태의 산화피막이 증가하였는데, 이는 Ti-3wt% Nb합금에서는 Nb함량이 낮아 일반적인 티타늄 산화피막인 TiO_2의 형태가 주가 되었으나 Ti-20wt% Nb, Ti-40wt% Nb합금과 같이 Nb함량이 높은 경우에는 산화피막 형성시 Nb원소의 영향이 커지기 때문이라고 생각된다.

Fig. 5에서 보면 Nb 함량이 증가할수록 pore의 크기가 작음을 알 수 있는데 이는 표면에 $TiNbO_4$, $TiNb_2O_7$과 같은 산화물이 TiO_2와 함께 표면에 두껍게 형성됨으로써 discharge시에 spark에 의해 파괴되는 산화막이 쉽게 파괴 되지 못 하였기 때문으로 생각된다.

임플란트와 골과의 결합력에 대한 임플란트 표면 거칠기의 최적 조건은 아직 분명하게 정의 되지 않았지만, 현재까지는 골과의 결합력은 임플란트의 표면이 거칠수록 증가하며 또한 골과의 접촉력도 커진다고 알려져 있다(kurze 등, 1986; Wennerberg 등, 1993). 그러나 이와 같이 양극산화 처리 시에 Nb 함량이 증가 되면 pore의 크기가 작아져 거칠기가 감소 될 수도 있는데 골과의 결합력을 증진시키기 위한 최적의 거칠기 조건은 합금성분과 양극산화처리 조건 변화로 조절 할 수 있을 것으로 생각된다.

동물실험에 의하면 임플란트의 적절한 표면 거칠기는 1~5㎛의 범위인 것으로 보고되었다(Hench 등, 1972; Wennerberg 등, 1993; Wennerberg 등, 1998). Table. 1은 제조된 합금을 SiC 연마지로 Grade #400~1200까지 연마한 것과 양극산화 후의 시편의 표면을 surface roughness test로 평균 표면 거칠

기를 측정한 결과이다.

본 연구에서는 양극산화에 의하여 얻어진 시편의 표면 거칠기는 0.2~0.3㎛으로 양극산화를 시행한 후 거칠기가 다소 증가하였지만 비교적 낮은 거칠기의 범위에 있었다. 또한 Nb 함량이 증가하면 표면 거칠기는 낮아졌는데 이는 기공의 크기 감소에 따른 것으로 생각된다.

표면의 거칠기와 더불어 양극산화 시 형성되는 기공의 크기는 골과의 접촉력 증가에 있어서 중요한 요소라 할 수 있다. Hench 등(1972)에 의하면 기공의 크기가 150㎛ 정도이면 골과 임플란트 사이의 치유과정에서 섬유성 응고는 성숙한 골(mineralized, mature bone)로 대체되고 150㎛보다 크다면 광화(mineralization) 없이 연골물질로 성장한다고 하였다. 반면에 다른 연구에 따르면 100㎛ 이하의 기공 크기는 세포와 생체분자의 크기와 비슷하기 때문에 세포흡착에 적합한 것으로 나타났다. 또한 Larsson 등(1994)에 의하면 초기 치유기간 중 골과의 접촉률과 골 형성 속도는 티타늄 표면의 산화피막의 두께에 영향을 받는다고 하였다. 그러므로 적절한 크기의 기공과 표면 거칠기는 골의 성장과 골세포의 흡착으로 임플란트와 골과의 계면에서 보다 우수한 반응을 보일 것으로 기대된다.

따라서 골 반응을 촉진시킬 수 있는 임플란트 표면처리에 대한 연구가 앞으로 더욱더 활성화 되어야 하고, 양극산화에 의한 표면처리에 있어서 기공의 크기와 표면 거칠기는 본 실험에서의 조건인 합금 원소뿐만 아니라 전류밀도, 전해질의 종류 및 농도, 전해온도, 시간, 전압 등 여러 가지 요소에 따라 산화피막에 영향을 미치므로 보다 지속적이고 심도 깊은 연구가 필요한 것으로 사료된다.

Ⅳ. 결 론

본 연구에서는 Ti에 각각 3wt%, 20wt%, 40wt의 합금 원소 Nb를 첨가하여 Ti-xNb 이원계 합금을 제조하고, 양극산화법을 통한 산화피막 형성 시 Nb원소의 함량에 따라 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Nb원소 함량이 증가함에 따라 합금의 조직은 α상에서 β상 구조로 변하였다.

2. XRD 분석결과 Ti-xNb 표면에 형성된 TiO_2의 주결정상은 anatase 상임을 확인 하였고, Nb 원소 함량이 증가함에 따라 $TiNbO_4$, $TiNb_2O_7$의 산화막 peak는 커진 반면, TiO_2 peak는 감소하였다.

3. surface roughness test 및 SEM 분석결과 Nb원소 함량이 증가함에 따라 산화피막 기공의 크기 및 거칠기가 감소하였다.

4. 산화피막에 형성된 기공을 Line analysis 분석한 결과 기공의 안은 Ti, 밖은 O의 peak가 크게 나타났는데 이는 기공 생성이 spark discharge에 의한 산화피막의 파괴로 인해 형성되기 때문으로 사료된다.

참 고 문 헌

손원우, 김교환, 김형일, Takao Hanawa, 정용수(2000). 양극산화법에 의한 티타늄 산화피막의 형성. Biomater. Res., (2000) 4(2) : 66-72.

Hench, L., Splinter, R., Allen, W., Greelee, T.(1972). Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials. J Biomed Mater Res 6:345-374.

Hironobu Matsuno, Atsuro Y., Fumio W., Motohiro Uo and Takao K.: Biocompatibility and osteogenesis of refractory metal implants, titanium, hafnium, niobium, tantalum and rhenium, Biomaterials, 22, (2001)1253.

Kilpadi DV et al. (1998). Effect of Surface Treatment on Unalloyed Titanium Implants : Spectroscopic Analyses. J Biomed Mater Res 40 : 646.

Kasemo, B., Lausma, J.(1988). Biomaterials and implant materials - A surface science approach. Int J Oral Maxillofac Surg 3:247-59.

Kasemo, B., Lausmaa, J.(1985). Metal selection and surface characteristics, in Br nemark. PI., Zarb, G.A., Albrektsson, T(ed) Tissue-Intergrate Prostheses, Chicage, Quintessence Pub. Co., pp.99-116.

Kuroda D, Ninomi M, Morinaga M, Kato Y, Yashiro T(1998). Design and mechanical properties of new β type titanium alloys for implant materials. *Mater Sci Eng A* 243:244-249.

Kurze, P., Krysmann, W., Schneider, H. G.(1986). Applications fields of ANOF layers and composites. Cryst Res Technol 21:1603-9.

Larsson C et al. (1996). Bone Response to Surface-modified Titanium Implants : Studies on the Early Tissue Response to Machined and Electropolished Implants with Different Oxide Thickness. Biomaterials 17 : 605.

Lausmaa J (2001). Mechanical, Thermal, Chemical and Electrochemical Surface Treatment of Titanium, Titanium in Medicine, Brunette DM et al. (Ed), Springer. 231.

Larsson, C., Thomsen, P., Lausmaa, J., Rodahl, M., Kasemo, B., Ericson, L.(1994). Bone response to surface modified titanium implants. Studies on electropolished implants with different oxide thickness and morphology. Biomaterials 15(130):1062-1074.

Mark J et al. (1996). Evaluating Sol-Gel Ceramic Thin Films for Metal Implant Application, I. Processing and Structure of Zirconia Films on Ti-6Al-4V. J Biomed Mater Res 33 : 225.

Nanci A et al. (1998). Chemical Modification of Titanium Surfaces for Covalent Attachment of Biological Molecules. J Biomed Mater Res 40 : 324.

Pan J et al. (1998). Variation of Oxide Films on Titanium Induced by Osteoblast-like Cell Culture and the Influence of an H_2O_2 Pretreatment. J Biomed Mater Res 40 : 244.

S. Ban, K. Matsuo, N. Mizutani and J. Hasegawa, "Hydrothermal-electrochemical deposition of calcium phosphates on various metals", Dent. Mater., 259-270(1999)

Shukla AK , Balasubramaniam R, Bhargava S(2005). Effect of replacement of V by Fe and Nb on passive film behavior of Ti - 6Al - 4V in simulated body fluid conditions. *J Alloys Comp* 389:144-152.

S. Mohammadi, M. Esposito, M. Cucu, L. E. Ericson and P. Thomsen: Tissue response to hafnium, J. of materials science, materials in medicine, 12, (2001)603.

S. M. Allameh, R. W. Hayes, M. Li, E. A. Loria, D. J. Srolovitz, W. O. Soboyejo : Microstructure and mechanical properties of β Nb-Ti based alloy, Materials science and engineering, A328, (2002)122.

Wennerberg, A., Albrektsson, T., Andersson, B.(1993). Design an surface characteristics of 13 commercially available oral implant system. Int J Oral Max Imp 8:622-633.

Wennerberg, A., Hallgren, C., Johansson, C., Danelli, S.(1998). A histomorphometric evaluation of screw-shaped implants each prepared with two surface roughnesses. Clin Oral Impl Res 9:11-19.

Xiao SJ (2001). Biochemical Modification of Titanium Surface, Titanium in Medicine, Brunette DM et al. (Ed), Springer. 417.

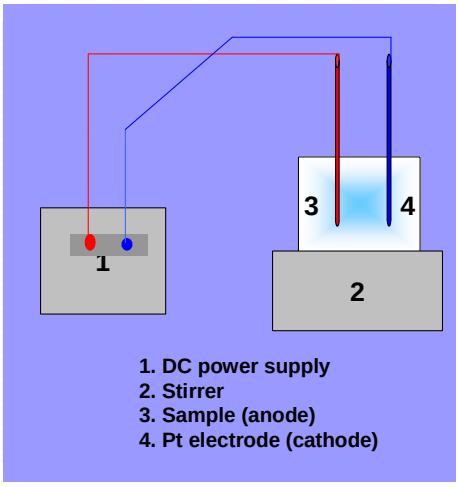

Fig. 1. Schematic diagram of anodizing cell

Table 1. Surface roughness values of Ti-xNb alloy.

Sample	R_a(Polished)	R_a(Anodized)
Ti-3Nb	0.1318㎛	0.3570㎛
Ti-20Nb	0.1245㎛	0.2336㎛
Ti-40Nb	0.1285㎛	0.2213㎛

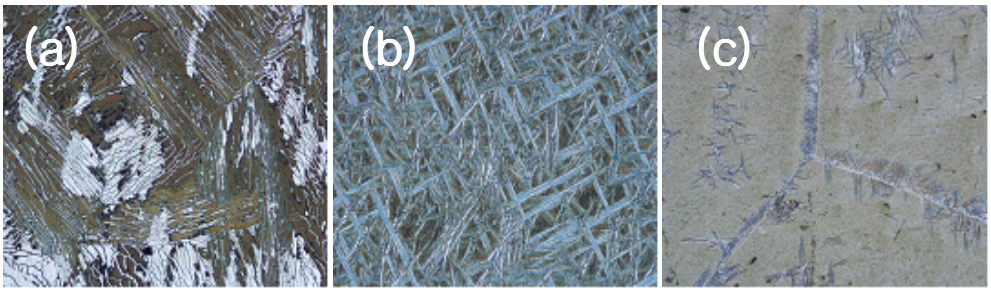

Fig. 2. OM showing surface morphology of Ti-3Nb(a), Ti-20Nb(b) and Ti-40Nb(c).

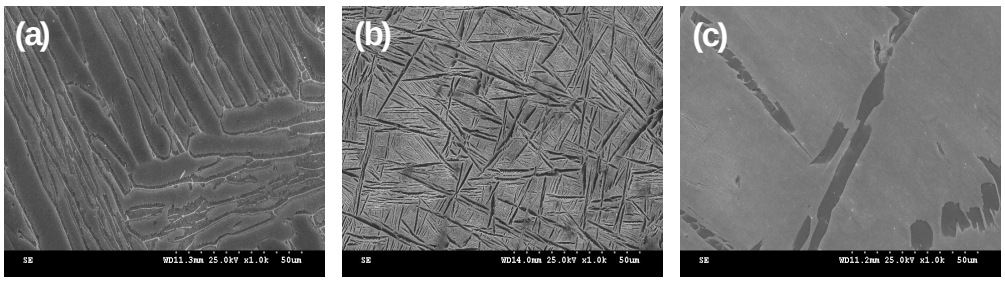

Fig. 3. FE-SEM showing surface morphology of Ti-3Nb(a), Ti-20Nb(b) and Ti-40Nb(c).

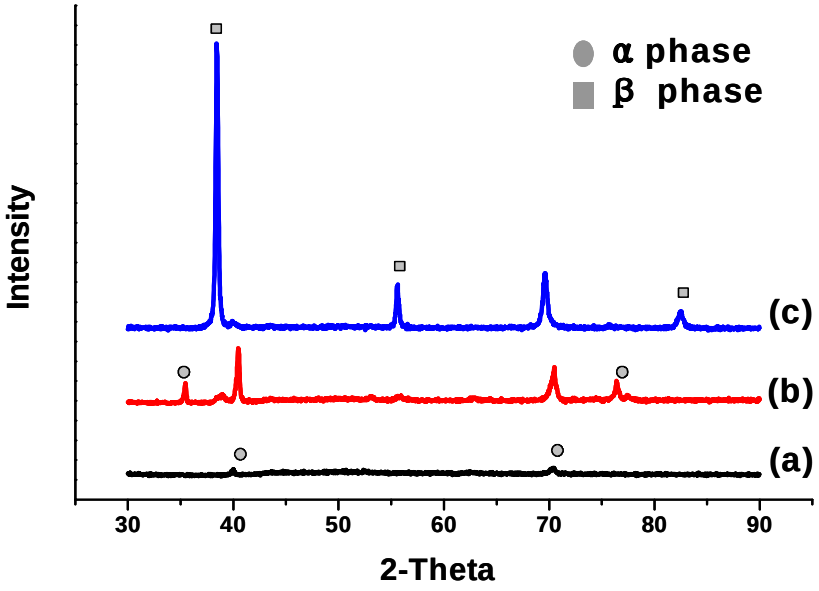

Fig. 4. X-ray diffraction pattern of Ti alloys.

(a) Ti-3Nb, (b) Ti-20Nb (c) Ti-40Nb

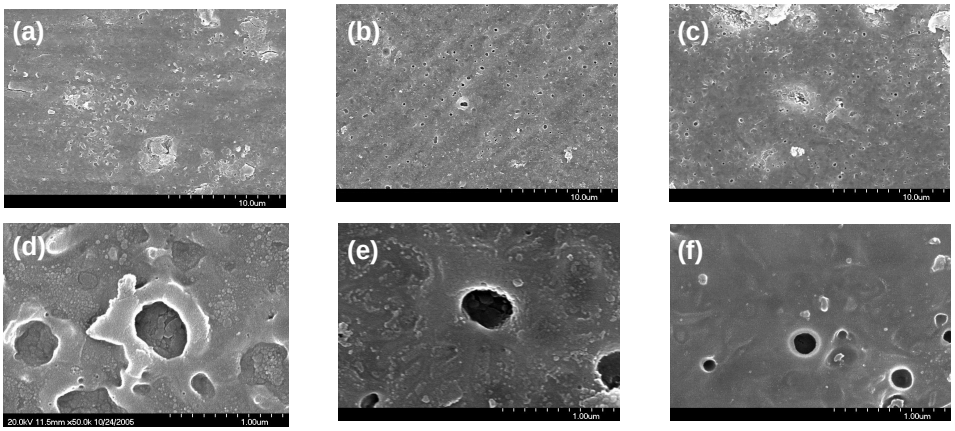

Fig. 5. SEM micrographs showing the surface morphology of anodized alloy.

(a),(d) Ti-3Nb (b),(e) Ti-20Nb (c),(f) Ti-40Nb

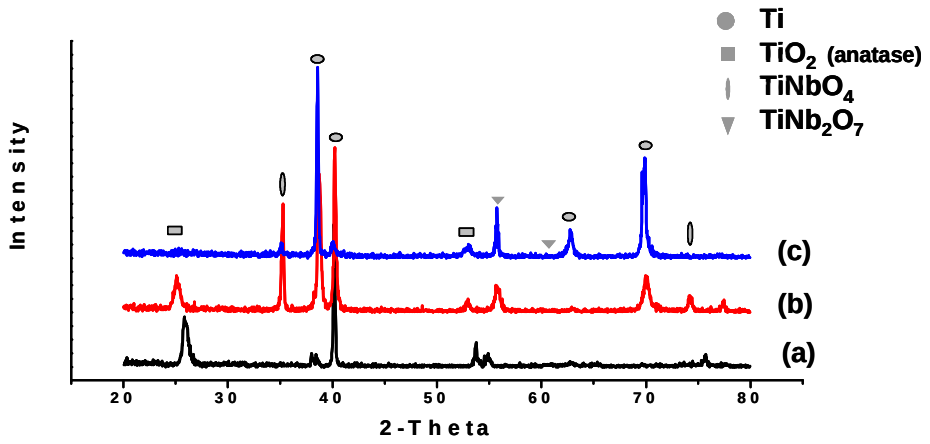

Fig. 6. XRD showing the elements of anodized Ti-xNb alloys.

(a)Ti-3Nb (b)Ti-20Nb (c)Ti-40Nb