

## SÍNTESE DE PÓS-COMPÓSITOS DE ALUMINA-BORETOS OBTIDOS POR MOAGEM REATIVA

V. R Cerqueira<sup>(1)</sup>, J.J. Pierri<sup>(2)</sup>; E.M.J.A Pallone<sup>(3)</sup> e, R. Tomasi<sup>(2)</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Construção Civil, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão, Campus Imperatriz. Av. Newton Belo, S/N, Vila Maria, 65919-050- Imperatriz-MA, [valdivio.itz@ifma.edu.br](mailto:valdivio.itz@ifma.edu.br)

<sup>2</sup>Universidade Federal de São Carlos-DEMa

<sup>3</sup>Universidade de São Paulo-USP/FZEA

### RESUMO

*Nesse estudo verificou-se experimental a possibilidade de realizar a síntese por moagem de alta energia com reação de pós de misturas de fases cerâmicas de alta dureza contendo alumina e fases de boretos. No caso, os experimentos envolveram reações de aluminotermia ativadas pela moagem, tendo como precursores  $WO_3$ ,  $TiO_2$  ou  $Ti^\circ$ ,  $B_2O_3$  ou  $B^\circ$  e o pó de alumínio metálico, sendo este último o agente redutor, para se obter como produtos misturas de alumina com boretos de titânico e de tungstênio. As reações obtidas foram do tipo auto-propagante, com tempos curtos de moagem até a ignição (entre 2 a 15 minutos). Os resultados mostraram a completa transformação dos reagentes, formando pós de misturas de fases do tipo  $Al_2O_3 - (WB/W_2B/WB_2/W_2B_5) - TiB_2$ . Corpos de prova em forma de discos, dos pós obtidos, conformados por prensagem isostática e sinterizados a  $1700^\circ C$  sob alto vácuo, resultaram em corpos com densidades estimadas entre 60 e 97% da densidade teórica, os quais também foram caracterizados por DRX e MEV.*

**Palavras-chave:** Moagem de alta energia; cerâmica de alta dureza, boretos, compósito.

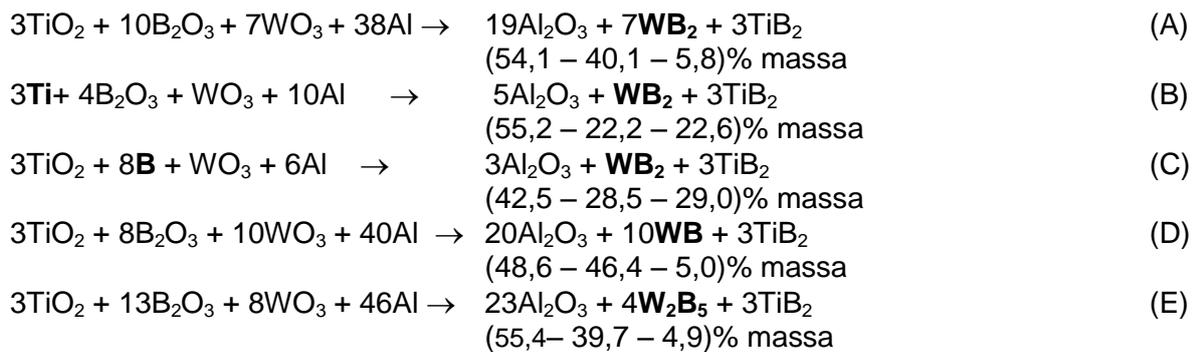
## INTRODUÇÃO

Uma vantagem potencial da moagem de alta energia com reação é a possibilidade de utilizar materiais precursores disponíveis comercialmente em grande escala e a custos relativamente baixos, dependendo do composto a ser sintetizado. Esse é o caso da moagem reativa do tipo aluminotérmica, em que o alumínio reduz óxidos de diferentes metais. Essas reações, em muitos casos, são ativadas em curtos tempos de moagem e são altamente exotérmicas e auto-propagantes<sup>(1-3)</sup>, liberando calor suficiente para promover a formação, por exemplo, de boretos e carbeto dos metais reduzidos. Uma consequência dessa opção é a produção de alto teor de alumina. A eliminação desta por processos físico-químicos é possível<sup>(4)</sup>, mas pode incluir processos que atacam os compostos de interesse. Por outro lado, a presença da alumina nos produtos da reação também possibilita a obtenção de compósitos com alto desempenho mecânico de dureza, resistência mecânica e ao desgaste, podendo também resultar em aumento de tenacidade, em compósitos com baixos teores de inclusões nanométricas de fases de alta dureza, dentre as quais se incluem TiC<sup>(5)</sup>, WC<sup>(6)</sup>, Ni<sub>3</sub>Al<sup>(7)</sup>, NbC<sup>(8)</sup> e outras. O presente trabalho apresenta os resultados experimentais de síntese por moagem com reação aluminotérmica de pós de misturas do sistema  $Al_2O_3 - (WB/W_2B/WB_2/W_2B_5) - TiB_2$ . O interesse nesse sistema decorre não apenas da possibilidade de obter um compósito de alumina com fases dispersas de alta dureza, mas também pela possibilidade de formação de diversas fases de boretos de tungstênio e pela solubilidade desses no boreto de titânio, a altas temperaturas<sup>(9,10)</sup>.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Reações altamente exotérmicas foram obtidas por moagem dos reagentes (precursores) comerciais: óxido de titânio (TiO<sub>2</sub>)-Vetec, óxido de boro (B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)-Andrich, óxido de tungstênio (WO<sub>3</sub>)-Alfa Aesar, titânio metálico em pó (Ti°)-Alfa Aesar; boro metálico (B°)-Andrich e alumínio metálico, em moinho alta energia (Spex 8000Mixer Mill). Os parâmetros utilizados inicialmente para a moagem de alta energia foram estabelecidos mediante trabalhos publicados anteriormente<sup>(5-8)</sup>. A relação massa de bolas / massa de material foi de 4:1. O frasco do moinho e as bolas utilizadas foram de aço endurecido por tratamento térmico, sendo o volume útil do moinho e diâmetro

das bolas de 150ml e 11mm respectivamente. As proporções molares e os tipos de reagentes foram calculadas de forma a se obter amostras de pós constituídos de alumina ( $Al_2O_3$ ) e diferentes teores de boretos de titânio ( $TiB_2$ ) e de tungstênio ( $WB$ ,  $WB_2$  e  $W_2B_5$ ). A inclusão de  $Ti^\circ$  ou de  $B^\circ$  permite obter maiores proporções de  $TiB_2$ . Seguem abaixo as reações utilizadas para a definição das proporções de reagentes. Para cada reação são apresentados, entre parêntesis, os valores calculados das porcentagens em massa dos produtos, na mesma ordem em que aparecem na reação:



Para a determinação do tempo de ignição das reações, o momento da ignição foi monitorado pela ocorrência de um pico de temperatura na superfície externa do frasco de moagem. Para isso foi utilizado um sensor térmico de infravermelho marca Raytek – Thermalet MID, posicionado dez centímetros distantes do frasco em movimento. Após reação, os produtos foram mantidos sob moagem, por tempos diferentes, visando à obtenção de partículas nanométricas e, posteriormente, desaglomerados em meio de álcool anidro, em moinho de bolas e planetário, utilizando-se bolas de zircônia e aço temperado, respectivamente. Durante a desaglomeração em moinho de bolas foram adicionados PABA e ácido oleico em 0,2 e 0,5% respectivamente, como dispersantes e lubrificante para auxiliar a conformação por prensagem. Os pós obtidos foram caracterizados empregando-se a difração de raios X (Difratômetro Siemens 5100) e Fluorescência de Raios X (Komatsu EDX-720). Os pós obtidos foram conformados na forma de pastilhas cilíndricas de 10 mm de diâmetro e ~ 3 mm de altura por prensagem uniaxial a 60 MPa ou seguida de prensagem isostática a 200 MPa, e sinterizados 1700°C por 1 h, sob alto vácuo ( $\sim 10^{-5}$  mbar), em forno da Thermal Technology Inc. com elemento resistivo de tungstênio. As amostras sinterizadas foram caracterizadas por difração

de raios X, microscopia eletrônica de varredura (Philips XL30-FEG), determinação da densidade aparente pelo método de Arquimedes.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta curvas de variação da temperatura na superfície dos frascos de moagem com o tempo, durante o processamento de síntese, obtidas para cada uma das reações consideradas. Observa-se o pico decorrente da reação abrupta típica de uma reação auto-propagante. O início do pico é bem definido e o tempo de moagem necessário para que ocorra é tomado como o Tempo para Ignição ( $t_{ig}$ ) que, para condições experimentais mantidas constantes, pode ser associado a características dos pós reagentes, em particular a pressão parcial de oxigênio de equilíbrio das reações de redução envolvidas e as características físicas dos pós reagentes que são determinantes no comportamento destes no processo de moagem.

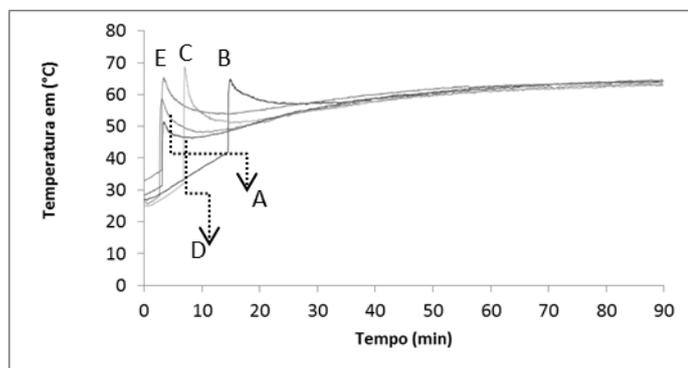


Figura 1 Variação da temperatura externa do moinho durante a moagem em função do tempo para as reações (A), (B), (C), (D) e (E).

A Tabela 1 apresenta os resultados de  $t_{ig}$  para as diferentes reações. Observa-se que esses tempos são relativamente curtos mesmo quando comparados com os tempos de moagem típicos de moagem reativa. Também é evidente a diferença entre os  $t_{ig}$  das reações que envolvem apenas reagentes óxidos e as que incluem o Ti ou o B. Considerando a sequência de reações parciais previstas para os casos em estudo, as reações iniciais e que participam diretamente da ignição são as reações de redução e, portanto, não seria esperado um efeito significativo dos reagentes metálicos no  $t_{ig}$ . A redução do  $WO_3$  é a que apresenta maior pressão parcial de oxigênio de equilíbrio sendo, portanto, a primeira a ocorrer e responsável

pela ignição. Por outro lado, como se verifica na Tabela 1, as quantidades de  $WO_3$  entre os reagentes das reações envolvendo apenas reagentes óxidos é significativamente superiores às quantidades de  $WO_3$  entre os reagentes das reações envolvendo reagentes metálicos. A Figura 2 mostra a forte relação entre  $t_{ig}$  e a quantidade de  $WO_3$ . Os reagentes metálicos participam das reações de formação dos boretos, nas altas temperaturas que são rapidamente atingidas após a ignição, como demonstram os altos valores das temperaturas adiabáticas calculadas para as reações, também apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Tempos para Ignição e densidades real dos pós obtidos e valores calculados da densidade e das temperaturas adiabáticas para as diferentes reações.

Reações (% em massa de reagentes)	Tempo para ignição* (min)	Densida de real** (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade calculada*** (g/cm <sup>3</sup> )	Diferença entre densidade real e calculada	Temperatura adiabática (°C)
A (3TiO <sub>2</sub> + 10B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 7WO <sub>3</sub> + 38Al) (6,6 – 19,3 – 45,7 – 28,4)	2,58	5,27	5,65	0,38	2617
B (3Ti + 4B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + WO <sub>3</sub> + 10Al) (15,5 – 30,0 – 25,4 – 29,1)	14,52	4,69	4,9	0,21	2773
C (3TiO <sub>2</sub> + 8B + WO <sub>3</sub> + 6Al) (33,1 – 11,9 – 32,6 – 22,4)	6,83	4,91	5,24	0,33	2617
D (3TiO <sub>2</sub> + 8B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 10WO <sub>3</sub> + 40Al) (5,7 – 13,2 – 55,7 – 25,5)	3,15	5,76	6,12	0,36	3205
E (3TiO <sub>2</sub> + 13B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 8WO <sub>3</sub> + 46Al) (5,6 – 21,2 – 44,2 – 29,0)	2,23	5,16	5,47	0,31	2861

\*tempo determinado em um único experimento de moagem.

\*\*obtido por piquinômetro a Hélio, modelo AccuPyo 1330, marca Micromeritics.

\*\*\* supondo que a composição do produto é a dada pelas reações utilizadas para a definição das proporções de reagentes.

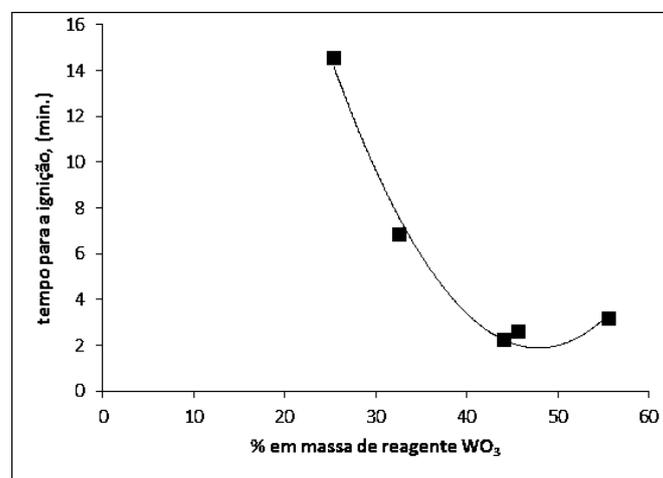


Figura 2. Variação do tempo de moagem para a ocorrência da ignição como função da porcentagem em massa de  $WO_3$  na mistura de reagentes.

A Figura 3 apresenta as curvas de DRX dos pós obtidos com as reações estudadas. A ocorrência da reação é confirmada pela ausência de fases reagentes, no entanto, nos produtos das reações são identificadas as presenças de misturas de fases de boreto de tungstênio, combinando a fase correspondente à relação W:B dada pela estequiometria da reação com outras fases de boreto de tungstênio contendo menor proporção de boro, conforme mostra a Tabela 2. Isso pode ser um indicativo de que as reações ocorridas não atingiram o equilíbrio e a completa homogeneização, considerando a velocidade em que ocorrem e a complexidade do diagrama de fases W – B, nas altas temperaturas que devem ser atingidas para que ocorram as reações auto-propagantes obtidas.

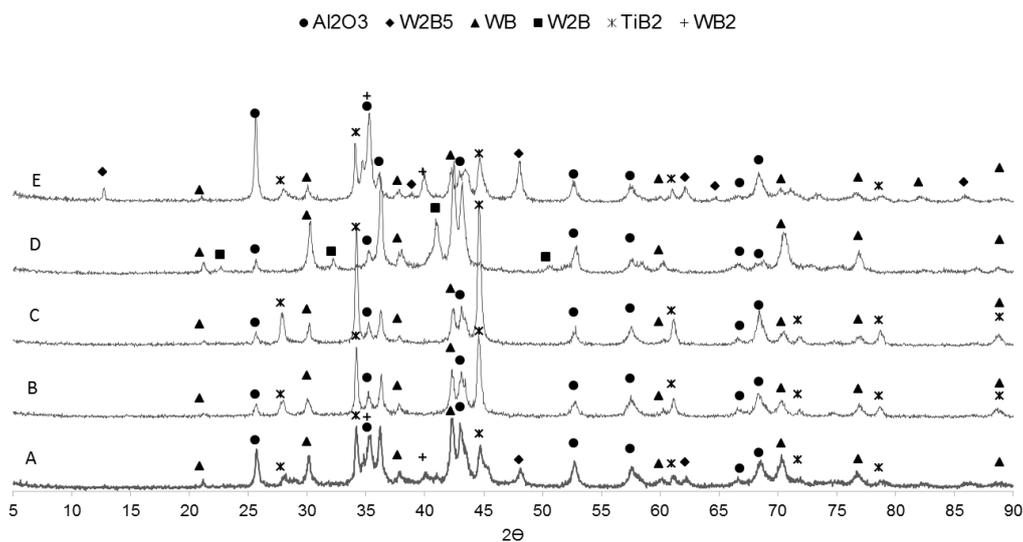


Figura 3. DRX padrão dos pós obtidos por meio das reações (A), (B), (C), (D) e (E) por moagem relativa.

Tabela 2. Boretos de tungstênio calculados e formados a partir das reações (A), (B), (C), (D) e (E) por moagem relativa.

Reação	Fase $W_xB_y$ dada pela reação	Fases $W_xB_y$ observadas por DRX
A	$WB_2$	$WB, WB_2, W_2B_5$ ,
B	$WB_2$	$WB$
C	$WB_2$	$WB$
D	$WB$	$WB$
E	$W_2B_5$	$WB, WB_2, W_2B_5$

Na Figura 3 também se observa a ausência de picos de DRX correspondentes ao  $TiB_2$  na amostra obtida pela reação (D). Nessa reação, a porcentagem em massa de  $TiB_2$  que pode ser esperada, considerando a estequiometria, em torno de 5%, é muito próxima às das reações (A) e (E). Para estas, no entanto, os picos de DRX do

TiB<sub>2</sub> estão presentes. A principal diferença da reação (D) com relação às outras é a maior proporção de tungstênio com relação ao boro, com maior quantidade relativa de óxido de tungstênio como reagente. Uma decorrência disso é a maior temperatura adiabática dessa reação. A Figura 4 mostra o diagrama de equilíbrio de fases do sistema TiB<sub>2</sub> – WB<sub>2</sub>, que na extremidade esquerda, de baixos teores de TiB<sub>2</sub>, indica o aumento, com a temperatura, da solubilidade deste no WB<sub>2</sub> e a formação de fase líquida a uma temperatura de eutético de aproximadamente 2250°C. Considerando a alta temperatura adiabática da reação, a formação de fase líquida é muito provável e o resfriamento rápido dos produtos da reação durante a moagem pode explicar a ausência do TiB<sub>2</sub>.

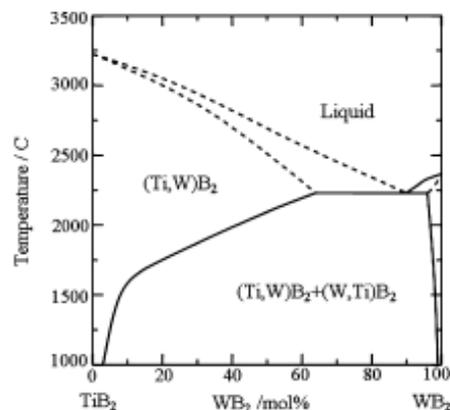


Figura 4. Diagrama de equilíbrio para as fases TiB<sub>2</sub> e WB<sub>2</sub> <sup>(9)</sup>

A Tabela 3 apresenta os resultados de densidade aparente, porosidade aparente das amostras sinterizadas a 1700°C e perda de massa das mesmas durante a sinterização. Destacam-se resultados de perda de massa, em particular para as amostras obtidas a partir das reações (A) e (E) que tiveram as maiores perdas de massa e apresentaram alta porosidade aparente e baixa densidade aparente. A alta perda de massa durante a sinterização pode ser devida à evaporação do boro e também do tungstênio, tomando em consideração as condições de alto vácuo e de alta temperatura de sinterização. Destaca-se também a diferença de comportamento durante a sinterização entre as amostras A e E e as demais. Todas apresentam altas perdas de massa, porém em A e E o resultado é a formação de poros, enquanto nas outras (B, C e D) o resultado é a densificação acompanhada de grande retração dos corpos de prova.

Tabela 3. Densidade aparente, Porosidade Aparente e Perda de Massa das amostras sinterizadas a 1700°C sob alto vácuo, obtidas a partir das reações (A), (B), (C), (D) e (E).

Amostra	Perda de massa (%)	Porosidade aparente (%)	Densidade aparente (g/cm <sup>3</sup> )
A	16,012	33,987	3,642
B	11,129	0,800	4,546
C	15,470	0,775	4,755
D	14,639	0,000	5,904
E	18,314	28,188	3,781

A Figura 5 apresenta os resultados de DRX das amostras obtidas após sinterização a 1700°C dos corpos de prova obtidos com os pós produzidos pelas reações (B), (C) e (D). A alumina está presente em todas as amostras confirmando sua condição de fase predominante e mais estável nos produtos de todas as reações. Para os pós obtidas pelas reações (B) e (C), a maior presença de TiB<sub>2</sub> resulta em picos intensos dessa fase, enquanto na reação (D) não é observado. Como nessa última o teor de TiB<sub>2</sub> previstos pela reação é baixo e pode ser inferior ao limite de detecção da DRX ou pode ter ocorrido a solubilização nas fases ricas em boretos de tungstênio, como discutido acima para a etapa de síntese pela reação (D).

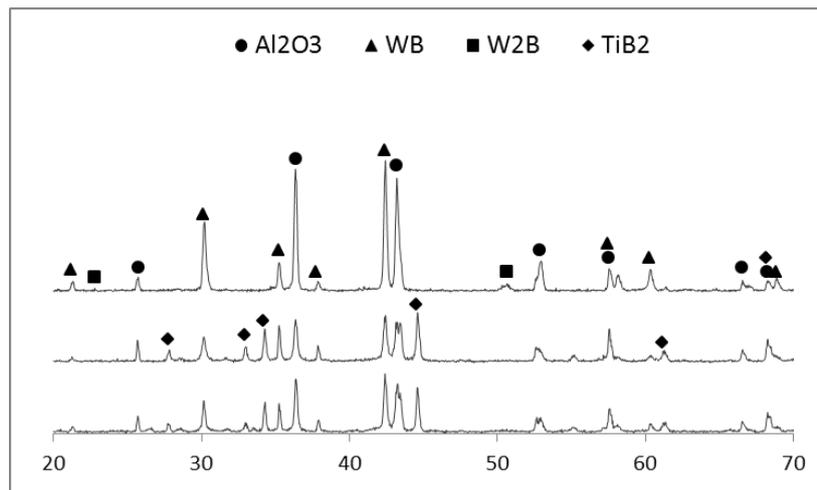


Figura 5. DRX pós obtidos a partir das reações (B), (C) e (D), conformados sob pressão uniaxial e sinterizados 1700°C sob alto vácuo.

Com relação ao boreto de tungstênio, o WB é a única fase presente, a menos da amostra obtida pela reação (D), na qual podem estar presentes traços de W<sub>2</sub>B. De qualquer modo, em todos os casos relação B:W deve estar menor do que o dado pela estequiometria das reações. Essa variação de composição pode ser explicada

pela perda de massa acima relatada, ocorrendo, provavelmente uma perda maior do boro com relação ao tungstênio

As micrografias das amostras sinterizadas mais densas, obtidas por MEV, são apresentadas na Figura 6. Nessas, as regiões escuras são formadas pela alumina, que aparece como fase majoritária e dos boretos de tungstênio e titânio estão nas regiões claras. Estas aparecem como inclusões de formas arredondadas como resultado da alta energia das superfícies os boretos e a alumina, o que não causa apenas o arredondamento das inclusões, mas também a tendência à coalescência das inclusões arredondadas, tomando as formas alongadas nos contornos de grãos da alumina.

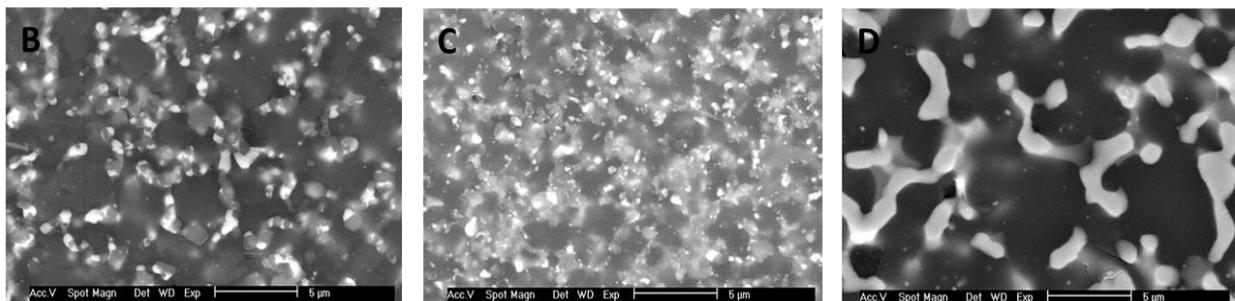


Figura 6. MEV pós obtidos a partir das reações (B), (C) e (D), conformados sob prensagem uniaxial e sinterizados 1700°C sob alto vácuo.

A Figura 6 mostra que a amostra obtida a partir da reação (D), ao contrário das outras duas, apresenta grandes grãos e que pode estar relacionado com alguma característica dos aglomerados obtidos na síntese pela reação (D), que ocorre a temperaturas mais elevadas.

Como apresentado acima, as amostras obtidas a partir das reações (A) e (E) apresentaram alta porosidade aparentes. Para aumentar a sinterabilidade dos pós obtidos dessas reações, uma série de outros experimentos de síntese foi realizada. O tempo de moagem após o tempo de ignição foi aumentado de 1,5h para 4h. Os pós obtidos para os referidos tempos de moagem foram conduzidos para processamento de desaglomeração tanto em moinho de bolas como em moinho planetário. Amostras dos pós também foram lixiviados com solução de 20% de ácido clorídrico para eliminação do ferro oriundo da moagem de alta energia. O nível de contaminação por ferro durante todo o processamento do pó e eficácia do uso da lixívia acida na eliminação do ferro contaminante pode ser verificado por meio da

Figura 7 que mostra a densidade aparente dos pós sinterizados e percentagem de contaminação em função do processamento de obtenção do pó.

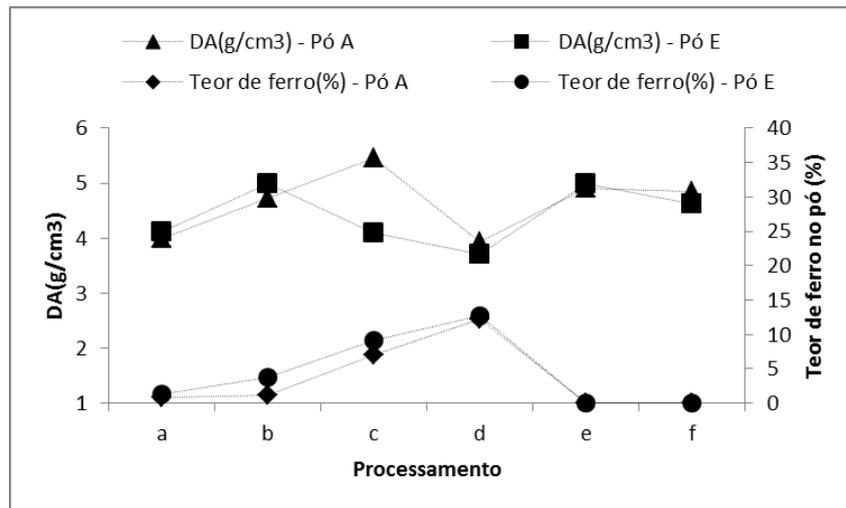


Figura 7. Densidades teóricas dos pós pelas reações (A) e (E) conformados sob prensagem uniaxial seguida da isostática e sinterizados a 1700°C e, contaminação por ferro conforme processamentos: a) 1,5 horas em moinho de alta energia-MAE e por 24 horas no moinho bolas-MB; b) 4,0 horas de MAE e por 24 horas em MB; c) 4,0 horas de MAE e por 1,0 hora em moinho planetário-MP; d) 4,0 horas de MAE e por 2,0 horas em MP; e) 4,0 horas de MAE, por 1,0 hora em MP e lixivia do pó; f) 4,0 horas de MAE, por 2,0 hora em MP.

A Figura 7 mostra que a variação no processamento de obtenção do pó possibilitou maiores valores na densidade aparente. O aumento no tempo de moagem e, a desaglomeração em moinho planetário permitiu um aumento da densidade aparente dos pós sinterizados. No entanto, um aumento na contaminação com ferro a diminui (“d”). A lixivia, vistos nos processamentos “e” e “f”, elevam as densidades. A Figura 8 mostra as imagens obtidas por MEV dos pós obtidos pelas reações (A) e (E) por meio do processamento “e” e sinterizados 1700°C. Observa-se microestruturas homogêneas e semelhantes com poucos poros.

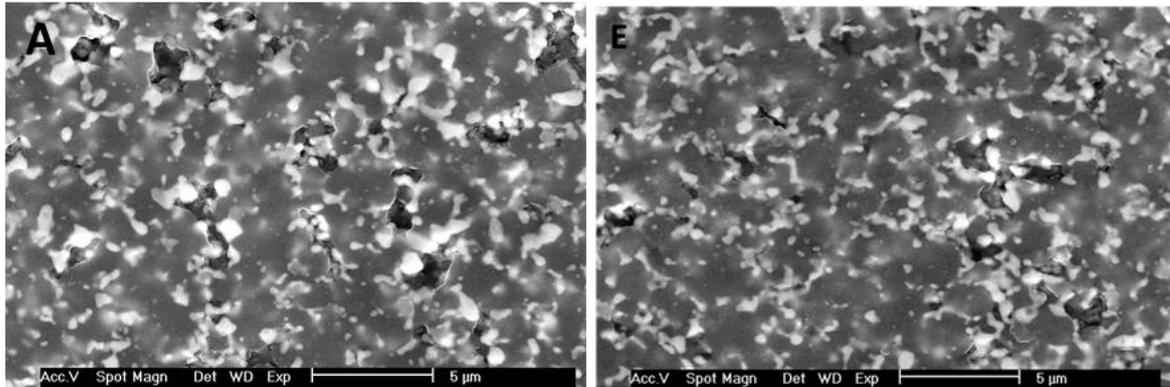


Figura 8. MEV dos pós obtidos pelas reações (A) e (E) processados segundo a rota de processamento “e”, conformados sob prensagem uniaxial seguida da isotática e sinterizados a 1700°C.

## CONCLUSÕES

A síntese das misturas de fases do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-W}_x\text{B}_y\text{-TiB}_2$  foi obtida por moagem de alta energia com reação. Os pós obtidos, mesmo contendo elevadas proporções de boretos, fases que formam superfícies de alta energia com a alumina, permitiram a obtenção de corpos de compósitos cerâmicos de fases de alta dureza com microestruturas relativamente homogêneas e densas. A alta perda de massa durante a sinterização pode resultar em corpos porosos, mas procedimentos experimentais como o aumento dos tempos de moagem e de desaglomeração das partículas, bem como a redução da contaminação com o ferro, foram eficazes no sentido de aumentar a sinterabilidade compensando a perda de massa e produzindo corpos densos e homogêneos. Este estudo mostra que é possível obter, por moagem reativa, pós-compósitos de fases de alta dureza do tipo  $(\text{Al}_2\text{O}_3\text{-W}_x\text{B}_y\text{-TiB}_2)$

## REFERÊNCIAS

- <sup>1</sup> V. Trombini<sup>1</sup>, A. H. A. Bressiani<sup>1</sup>, E. M. J. A. Pallone, R. Tomasi. “Optimization of the milling and drying processes of alumina/TiC powder obtained by reactive milling”. CERÂMICA, vol. 57. P. 416-421, 2011.
- <sup>2</sup> W. Botta, R. Tomasi, E. Pallone, e A. Yavari, “Nanostructured composites obtained by reactive milling”, SCRIPTA MATERIALIA, vol. 44, n°. 8-9, p. 1735-1740, maio. 2001.
- <sup>3</sup> E. Pallone, V. Trombini, W. Botta, e R. Tomasi, “Ceramic processing of nanometric powders obtained by reactive milling”, METASTABLE AND NANOSTRUCTURED MATERIALS - NANOMAT-2001, PROCEEDINGS, vol. 403, p. 65-70, 2002.

- <sup>4</sup> S. Sarker, "The removal of alumina and silica from iron rejects slime by chemical leaching", *Hydrometallurgy*, Vol.105, n<sup>o</sup>. 3–4, p.364–369 Jan. 2011.
- <sup>5</sup> V. Trombini, E. Pallone, F. Mello, W. Botta, e R. Tomasi, "Densification of reactive milled Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC composite powders", *ADVANCED POWDER TECHNOLOGY III*, vol. 416-4, p. 475-480, 2003.
- <sup>6</sup> E. Pallone, D. Martin, R. Tomasi, e W. Botta, "Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-WC synthesis by high-energy reactive milling", *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES*, vol. 464, n<sup>o</sup>. 1-2, p. 47-51, ago. 2007.
- <sup>7</sup> D. Leiva, E. Pallone, R. Tomasi, e W. Botta, "Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ni<sub>3</sub>Al composites obtained by reactive milling and reactive sintering", *ADVANCED POWDER TECHNOLOGY III*, vol. 416-4, p. 493-498, 2003.
- <sup>8</sup> E. M. J. A. Pallone, V. Trombini, W. J. Botta F, e R. Tomasi, "Synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-NbC by reactive milling and production of nanocomposites", *JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY*, vol. 143-144, p. 185-190, dez. 2003.
- <sup>9</sup> Telle, R., Fendler, E. and Petzow, G., "The quasi-binary systems CrB<sub>2</sub>-TiB<sub>2</sub>, CrB<sub>2</sub>-WB<sub>2</sub> and TiB<sub>2</sub>-WB<sub>2</sub>". *J. HARD MATER.* vol.3, p. 211–224, 1992.
- <sup>10</sup> Mitra I. e Telle R., "Phase Formation during Anneal of Supersaturated TiB<sub>2</sub>-CrB<sub>2</sub>-WB<sub>2</sub> Solid Solutions", *JOURNAL OF SOLID STATE CHEMISTRY*, vol. 133, p. 25-30, out. 1997.

## SYNTHESIS OF ALUMINA-BORIDE COMPOSITE POWDER OBTAINED BY RACTIVE MILLING

### ABSTRACT

In this experimental study there was the possibility of performing synthesis by high energy milling of powders with reaction mixtures of phases of high hardness ceramics containing alumina and boride phases . In case the experiment involved aluminothermics reactions activated by grinding , and as precursors WO<sub>3</sub> , TiO<sub>2</sub> , or Ti , B or B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e aluminum powder , the latter being the reducing agent , to obtain an alumina as a mixture with borides titanium and tungsten . The reactions were of the self - propagating, with short milling times until the ignition (between 2-15 minutes). The results showed complete conversion of the reactants forming the powder mixture of phases of the type Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - (WB/W<sub>2</sub>B/WB<sub>2</sub>/W<sub>2</sub>B<sub>5</sub>) - TiB<sub>2</sub>. Specimens in the form of discs, the powders, shaped by isostatic pressing and sintered at 1700°C under high vacuum resulted in bodies with estimates between 60 and 97 % theoretical density, which were also characterized by XRD and SEM.

Keywords: High energy ball milling; ceramic high hardness, borides, composite.