

# 采用压力热处理工艺对金属钨进行表面纳米化处理

张鹏飞<sup>1</sup>, 何换菊<sup>1</sup>, 张战胜<sup>1</sup>, 王 标<sup>1</sup>, 屈晶晶<sup>1</sup>, 林铁松<sup>2</sup>, 杨治华<sup>3</sup>

(1. 河南科技大学 材料科学与工程学院, 河南 洛阳 471000)

(2. 哈尔滨工业大学 先进焊接与连接国家重点实验室, 黑龙江 哈尔滨 150001)

(3. 哈尔滨工业大学 特种陶瓷研究所, 黑龙江 哈尔滨 150001)

**摘要:** 为进一步提高金属钨工件在高压辐照、电弧烧蚀等工况下的使用寿命, 有必要对钨进行表面纳米化处理, 提高表层材料的抗疲劳、耐辐照等性能。然而, 由于钨的高熔点和硬度, 使其表层材料发生塑性变形或局部熔化十分困难。本工作以纯钨板为原料, 对其施加 10 MPa 压力, 在真空中将其加热至 900 °C 并保温 3 h, 采用压力热处理工艺对钨板进行表面纳米化处理。结果显示处理后, 在钨板表面形成了厚度 2~4 μm 的纳米晶层, 晶层厚度均匀。纳米晶粒呈等轴状, 平均晶粒尺寸普遍小于 300 nm。钨板内部依然保持为粗晶组织, 表面纳米晶层与基体粗晶组织之间结合牢固, 无明显界面。本工作有望为钨等难熔金属表面纳米化探索一种更加高效便捷的技术路径, 具有重要的理论意义和实际应用价值。

**关键词:** 钨; 表面处理; 表面纳米化; 压力热处理; 难熔金属

中图分类号: TG174.4; TG146.4<sup>+</sup>11

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2026)05-1292-07

## 1 引言

难熔金属钨具有高熔点、高硬度、高弹性模量、高热导率, 以及低热膨胀系数、低溅射率、低蒸汽压和低氩滞留率等较为突出的性能优点, 在耐高温、耐摩擦、抗冲刷、抗烧蚀等领域应用广泛<sup>[1-3]</sup>。然而, 金属钨脆性大, 韧脆转变温度高, 在高压电弧作用下会产生气泡、纳米丝等现象<sup>[4-6]</sup>, 在高压电弧作用下还可能在局部产生大尺寸烧蚀坑, 导致工件过早失效<sup>[7-8]</sup>。因此, 为了充分发挥金属钨的性能优势, 提高金属钨工件在实际工况下的使用寿命, 仍然有必要对金属钨进行表面改性处理, 在工件表面形成一定厚度的纳米晶层, 进一步提高钨工件表面层材料的强度、硬度、耐磨性、抗疲劳、抗辐照、耐烧蚀等性能<sup>[9-12]</sup>。

通常, 在金属材料表面进行纳米化处理会提高表面层材料的强度、硬度、耐磨性、抗裂纹萌生能力, 以及增大材料表面原子的活性<sup>[13]</sup>。一般, 在对钢、铜、铝、钛、镁等常见金属及其合金工件进行表面纳米化处理时, 常用的方法有表面自身纳米化技术(表面机械处理、非平衡态加热)、表面涂层与沉积技术(物理气相沉积、化学气相沉积、溅射、电镀、电解沉积), 以及混合技术<sup>[13-15]</sup>。但是, 由于金属钨的熔点和硬度较高, 使钨工件表层材料发生塑性变形或局部熔化都十分困难<sup>[16]</sup>。故采用基于表面层材料强烈塑性变形(超声喷丸<sup>[17]</sup>、超声撞击<sup>[18-19]</sup>、超音速微

粒轰击<sup>[20-21]</sup>、机械研磨<sup>[16,22]</sup>、机械碾压<sup>[23-24]</sup>、机械滚压<sup>[14,25]</sup>)或非平衡态急热急冷(激光加热<sup>[26-28]</sup>、离子辐照<sup>[29]</sup>)的金属表面纳米化技术对金属钨表面进行纳米化处理存在较大的难度。因此, 继续探索研发难熔金属钨表面纳米化技术, 开发与基体结合牢固、工艺简单、便于批量化生产的钨等难熔金属材料表面纳米晶层制备方法仍然具有重要的理论意义和实际应用价值。

谢卓明等人<sup>[30]</sup>公开了一种难熔金属钨表面纳米化方法。该公开的发明专利以初始晶粒尺寸大于 10 μm 的粗晶钨为基材, 采用压力机械抛光结合真空热处理的方法, 在基体为粗晶的金属钨表面形成细小的纳米晶层。研究人员认为压力辅助的金相抛光过程, 会在粗晶钨近表层组织中引入高密度位错, 这些位错是热力学亚稳定状态。在后续 900~1100 °C 的真空中保温处理 1~2 h 后, 经压力辅助抛光后的金属钨表层组织发生回复, 形成稳定的纳米晶。纳米晶粒尺寸为 200~400 nm, 表面纳米晶层的厚度为 200~400 nm。且纳米晶层与基体组织之间不存在明显的界面, 二者不易分离, 有望进一步提升钨材料的抗辐照性能。

Guo 等人<sup>[16]</sup>以原始晶粒尺寸为 25~60 μm 的纯钨为原料, 采用表面机械研磨工艺在纯钨表面制备了晶粒尺寸细化且具有较大拉伸变形的纳米晶层。该纳米晶层的晶粒尺寸约为几十至几百纳米, 晶界处的应变率达

收稿日期: 2025-05-14

基金项目: 哈尔滨工业大学先进焊接与连接国家重点实验室开放基金(AWJ-22M22)

作者简介: 张鹏飞, 男, 1984年生, 博士, 副教授, 河南科技大学材料科学与工程学院, 河南 洛阳 471000, E-mail: zhangpengfei@haust.edu.cn

3%~5%,且位错密度显著增加。纳米晶层的形成归因于高应变量和高应变速率,以及多向反复的加载过程。力学测试结果表明,表面纳米化后,材料的弯曲强度从825 MPa提高到了1850 MPa,表面残余压应力从234 MPa提高到了881 MPa,且材料的延展性也得到了显著提高。

胡殷等人<sup>[31]</sup>公开了一种金属钨表面纳米化的装置及其方法。采用设置有小孔的钨筒作为空心阴极装置,形成空心阴极效应,离化氦气,并获得低电压、大电流的氦等离子体,并使氦离子轰击作用于钨样品表面,通过空心阴极效应在5 min内迅速升高样品温度到1600 K以上。在注入一定剂量的氦离子后,可在钨表面获得与基体紧密连接的纳米结构。该发明专利公开的装置和方法可以在金属钨表面形成均匀一致、与基体紧密连接的纳米结构生长层,提供了一种解决钨表面纳米化的全新途径。

此外,公开发表的文献还报道了采用冲击波加速纳米颗粒冲击金属表面,使纳米颗粒嵌入金属表层,从而形成金属表面纳米晶层的方法<sup>[21]</sup>;采用高压电子束冲击金属表面使表层材料强化的方法<sup>[32]</sup>;同时采用超声喷丸和施加脉冲电流以提高难变形金属材料表面纳米化效率的方法<sup>[33]</sup>;采用超音速微粒轰击和退火工艺使钨铜合金表面纳米化的方法<sup>[21]</sup>;以及采用喷丸、氢化、脱氢工艺使合金表面快速纳米化的方法<sup>[34]</sup>等。压力热处理工艺常被用于研究高温高压(2~5 GPa)下铜合金、铝合金或钛合金等的整体组织性能变化规律<sup>[35-36]</sup>,钢铁等金属材料在热等静压过程中的相变规律<sup>[37]</sup>,以及被用于研究 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MoO}_3$ 等氧化物的光致发光规律和晶格变化规律<sup>[38-39]</sup>,FeP金属玻璃的空化行为<sup>[40]</sup>等。然而,采用压力热处理工艺对金属材料进行表面处理的研究工作鲜有文献报道。

在当前的工作中,作者以工业纯钨板为原料,经研磨和清洗后,对其施加10 MPa压力,并在真空环境中将其加热至900 °C并保温3 h,采用压力热处理工艺对金属钨的表层组织进行纳米化处理。处理后,金属钨的表层组织晶粒被细化至200~500 nm,纳米晶层厚度为2~4  $\mu\text{m}$ 。纳

米晶层与基体粗晶组织之间结合牢固,无明显界面,具有较高的可靠性,有望进一步提高金属钨表层材料的耐磨、耐腐蚀、耐高能射线辐照、耐电弧烧蚀等性能。当前的研究工作有望为钨等难熔金属及其合金表面纳米化探索一种更加高效便捷的技术路径,进一步提高钨等难熔金属及其合金表层材料的性能和工件在实际复杂工况下的使用寿命,具有重要的理论意义和实际应用价值。

## 2 实验

当前的研究工作采用宝鸡市德尔信金属材料有限公司生产的工业纯钨板为原料,板厚约2.5 mm,纯度约99.9%。钨板表面经金刚石砂轮研磨, $R_a=0.7 \mu\text{m}$ 。将钨板先在稀盐酸(10wt%)中浸泡约30 min,之后在无水乙醇中经超声波清洗约10 min,取出并自然晾干。将钨板置于热压炉的上下压头之间,通过垫支石墨纸和涂覆h-BN等隔离物将钨板与上下压头隔开。通过液压系统对钨板施加大小为10 MPa的压力,压力在温度升至目标温度(900 °C)之前施加完毕,并在整个保温阶段保持稳定。关闭炉门后对炉膛抽真空至真空度低于 $1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ 。然后以5~10 °C/min的升温速率将钨板加热至900 °C,并在该温度下保温3 h,保温结束后关闭加热开关,使钨板随炉自然冷却,机械压力在5 min内卸载完毕。炉膛真空度在整个加热、保温和冷却过程中,始终低于 $1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ ,尽量减少空气中的氧等杂质元素与W反应,减少W板表面氧化物的生成。压力热处理后的钨板经表面清洗和线切割制成待测试分析样品。采用扫描电子显微镜(JEOL,ISM-IT100,30 kV,日本)对钨板表面和内部组织结构进行测试分析。

## 3 结果与讨论

### 3.1 表面纳米晶与基体粗晶组织对比

图1a所示为经过压力热处理后,钨板表面纳米晶层与基体粗晶组织的形貌对比。从图中可见,经过压力热处理后,在钨板表面形成了一层具有一定厚度的纳米晶

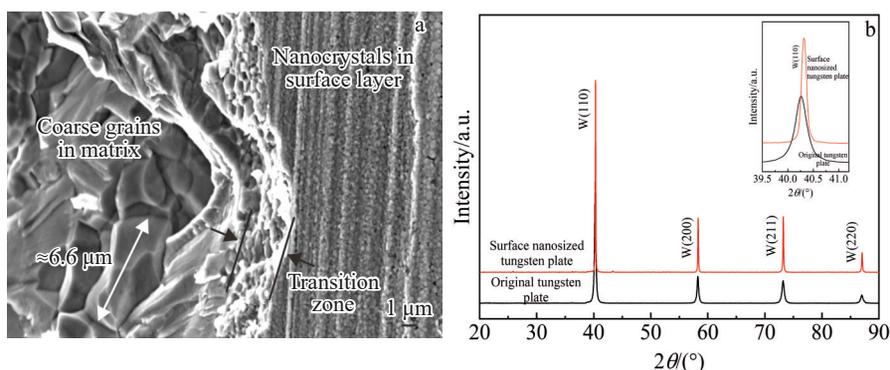


图1 W板表面纳米晶层与W板内部粗晶组织形貌及压力热处理前后W板的XRD图谱

Fig.1 Morphologies of nanocrystalline layer on surface of W plate and coarse-grained structure in the matrix (a); XRD patterns of W plate before and after pressure-assisted heat treatment (b)

组织,而钨板内部依然为粗晶组织。基体粗晶组织的晶粒近似为等轴状,尺寸一般小于 $10\ \mu\text{m}$ ,与所用钨板的原始晶粒尺寸相当。相比之下,钨板表层组织被细化得比较明显,表层纳米晶粒也近似为等轴状,尺寸一般为几百纳米。在表面纳米晶组织与内部粗晶组织之间存在过渡区,该过渡区域的厚度为 $2\sim 4\ \mu\text{m}$ 。过渡区的晶粒同样存在被明显细化的现象,晶粒尺寸普遍小于 $1\ \mu\text{m}$ 。经多处观察分析发现,纳米过渡层厚度均匀,过渡区与基体粗晶组织之间结合牢固,不存在明显界面。在压力热处理过程中,W板所受压力( $10\ \text{MPa}$ )均匀稳定,保温时间较长( $3\ \text{h}$ ),这使得热处理后W板表层的纳米过渡层厚度变化较小,W板表面纳米过渡层的典型组织如图1a所示。可见,采用压力热处理工艺可以较容易地实现钨板表面材料的纳米化,且形成的纳米晶层与基体粗晶组织具有较高的结合力,连接可靠性较高,使得纳米晶层在使用过程中不易脱落。图1b所示为表面纳米化W板与原始W板的X射线衍射结果对比。压力热处理前后,金属钨(110)、(200)、(211)、(220)等各主要晶面的相对衍射强度基本没有变化。表明,当前条件下的表面纳米化过程没有显著改变表层钨晶粒的晶体取向。然而,图1b中的插图显示,表面纳米化W板的衍射峰明显向高衍射角度偏移。晶格间距减小、存在残余应力、晶粒细化等原因都可能引起衍射角度 $2\theta$ 值增大。当前所用W板中的合金元素及杂质元素含量极少,晶格变化空间极为有限,长时间退火处理使得残余应力基本得到消除。因此,最有可能引起衍射峰偏移的原因就是表面晶粒细化,这与图1a中表层组织的观察结果一致。

在压力热处理过程中,在表面压力的作用下,钨板表层的原子、晶格、晶粒等微观组织受到强烈的挤压。表层晶粒的晶格具有自发产生扩张、变形的趋势,表层原子也具有自发扩散并逐渐远离平衡态的趋势。在压力和高温的长时间协同作用下,W板表层组织的晶格缺陷逐渐增多,直至形成众多原子排列混乱的新晶界,表层晶粒也因此自发细化。W板表层材料以此种原子扩散、晶格扩张变形、晶界增多、晶粒细化的方式逐渐吸收外界传递的能

量,表面层材料的能量因此逐渐升高。当钨板温度较高时,表层原子的扩散活性显著增大,在表面压力的协同作用下,表层组织的晶格自发扩张变形、原子自发扩散、新晶界形成、晶粒组织自发细化等现象将更加明显,此类过程也被显著加快。因此,表面压力带来的挤压作用极有可能是使钨板表层晶粒组织细化的主要热力学驱动力,而高温带来的温度激活效应最有可能是使钨板表层晶粒组织细化的主要动力学因素。在压力和温度两种因素相互影响、相互促进的长时间协调作用下,W板表层组织中的微米级晶粒逐渐细化成纳米级晶粒,实现W板的表面组织纳米化。

上述钨板表层晶粒的细化过程可能与钨的再结晶有关。相关研究表明,变形金属钨在没有约束力的自由状态下,即使其预变形量达到 $60\%$ ,在 $900\ ^\circ\text{C}$ 保温 $1\ \text{h}$ 处理后,组织中也没有再结晶发生<sup>[4]</sup>。当保温温度升高至 $1300\ ^\circ\text{C}$ 时,仅局部区域发生了再结晶现象。在当前的研究工作中,原始钨板没有预变形处理。但将其在 $900\ ^\circ\text{C}$ 压力热处理时,表层晶粒却发生了明显的再结晶细化现象。由此可以推断,这种表层晶粒细化现象受热处理过程中所施加压力的影响较大。压力与温度的协同作用提供了表层组织再结晶的驱动力,使钨板的再结晶温度显著降低。这也为难熔金属钨表层组织纳米化提供另一种可能的工艺途径。

### 3.2 钨板内部粗晶组织结构

图2所示为经过压力热处理后,钨板内部粗晶组织的晶粒形貌及晶粒尺寸分布统计结果。因为金属钨的脆性较大,塑性和延展性不足,所以纯钨板的断裂为典型的沿晶断裂模式,断口呈现出明显的冰糖状花样,晶界清晰,晶粒为等轴状,尺寸为微米量级,平均值为 $2.91\pm 0.91\ \mu\text{m}$ ,与所用钨板原始晶粒尺寸相当。在压力热处理过程中,钨板表面所受压力的挤压作用仅能够影响表层材料,因此,只能在距离表面有限的厚度范围内实现晶粒细化。远离表面的内部组织受压力作用的影响较小,晶粒组织的形貌及尺寸变化也极为有限。

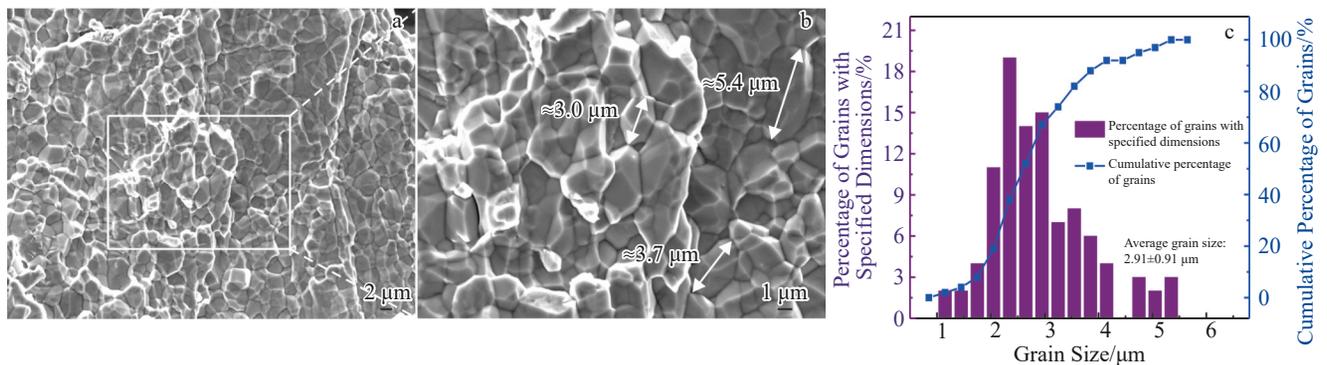


图2 压力热处理后W板内部粗晶组织形貌及晶粒尺寸分布

Fig.2 Morphologies (a-b) and grain size distribution (c) of coarse grains inside W plate after pressure-assisted heat treatment

### 3.3 钨板表层纳米晶组织结构

图3和图4所示为压力热处理钨板表面不同区域纳米晶组织的形貌及晶粒尺寸分布统计结果。可见，钨板表层组织的纳米化是普遍现象。且与基体内部的粗晶组织相比，表层晶粒被纳米化的程度相当明显。表面纳米晶层的晶粒普遍呈现等轴状，晶粒尺寸普遍小于500 nm。

而在表面的不同区域，纳米晶粒的形貌和尺寸略有区别。在图3a、3b所示的区域，等轴状纳米晶粒的尺寸普遍小于300 nm，平均值为 $263\pm 73$  nm。在图3c所示的区域，等轴状纳米晶粒的尺寸普遍为200~300 nm，平均值为 $243\pm 76$  nm。而在图3d所示的区域，部分纳米晶粒呈现出被略微拉长的趋势，晶粒尺寸为200~500 nm，平均值

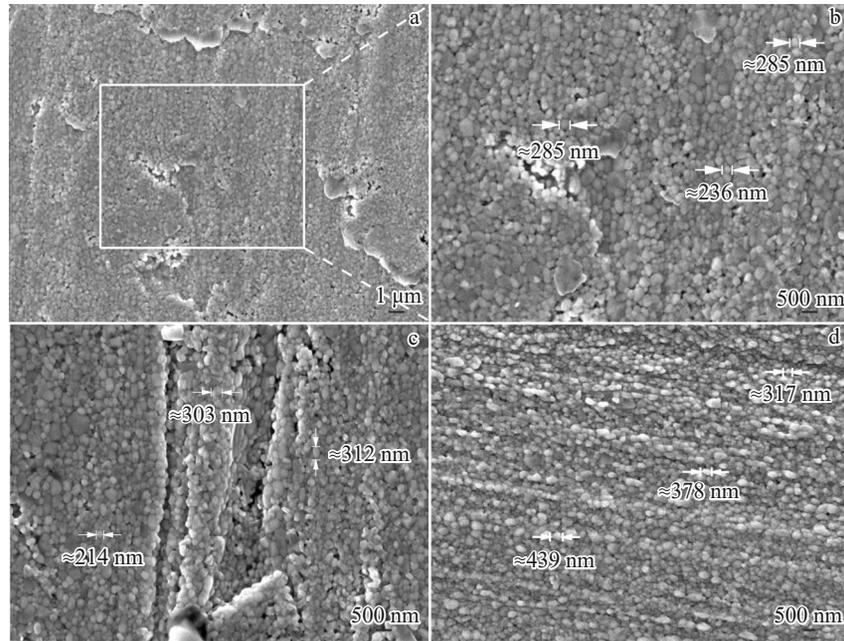


图3 压力热处理W板表面不同区域纳米晶组织的形貌

Fig.3 Morphologies of nanocrystallines at different regions on surface of W plate after pressure-assisted heat treatment: (a–b) raised area, (c) concave area, and (d) area subjected to lateral compression

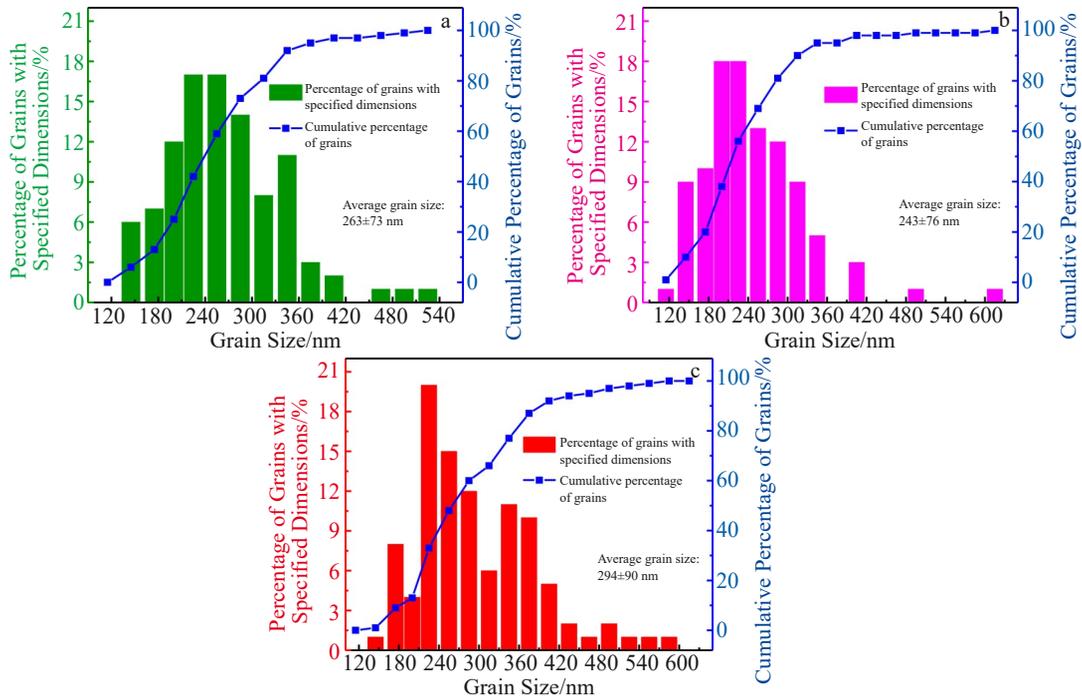


图4 压力热处理钨板表面不同区域组织的晶粒尺寸统计结果

Fig.4 Statistical results of grain size distribution of different regions on the W plate surface after pressure-assisted heat treatment (Fig. 4a–4c correspond to regions in Fig.3b–3d, respectively)

为  $294 \pm 90$  nm。

图 3d 中所示的晶粒变形拉长现象可能是由于贴合面内晶粒受到横向挤压作用引起的。这种横向挤压作用及受影响晶粒被拉长变形现象在图 5 中表现得更加明显。图 5 中的紧密贴合区域、非紧密贴合区域分别是钨板与机械压头紧密及非紧密接触的位置。这种差异是由于原始钨板表面因粗糙度引起微观高低起伏所导致的。在钨板与机械压头的紧密贴合区域,再结晶的纳米晶粒多为等轴状。而在非紧密贴合区域,尤其是在紧密贴合与非紧密贴合的过渡区域,表层晶粒受到钨板表面横向挤压力作用。这直接导致了此类区域内再结晶晶粒普遍表现出被拉长变形的现象,如图 5 中的红色箭头所示。这种现象的存在也进一步表明表面压力与温度的协同作用是钨板表层组织发生再结晶、细化、变形的重要驱动力。

相比之下,经过压力热处理后,钨板表面纳米晶粒的尺寸比过渡区域的晶粒尺寸更加细小。这说明越接近于压头位置,钨板表层的原子和组织越倾向于偏离平衡状态,晶格扩张变形趋势越明显,原子的扩散活性和扩散速率越大,晶界增多和组织细化现象越显著。相应地,细化组织的能量也就越高。另一方面,由于受到表面粗糙度



图 5 钨板表面部分区域因横向挤压力作用而引起再结晶晶粒变形拉长现象

Fig.5 Deformation and elongation of recrystallized grains due to the lateral compression force in some areas of W plate

的影响,钨板表面不同区域的平整度在微观上略有差异。部分区域略有凸起现象,如图 6a 中 b 区域所示,而个别区域略有凹陷现象,如图 6a 中 c、d 区域所示。微观平整度的不同导致即使在宏观应力相同的情况下,钨板不同区域的受力状态也略有差异。在凸起区域,W 板表层组织所受压应力较大,晶格扩张变形、原子扩散、晶界增多等现象更加明显,组织更容易偏离平衡状态,使得最终组织的晶粒更加细小均匀,如图 6b 所示。而在凹陷区域,W 板表层组织所受压应力较小,晶格扩张变形、原子扩散、晶界增多等过程相对较慢,组织偏离平衡状态的倾向性略小,最终表层组织的晶粒细化程度也因此受到限制,如图 6c、6d 所示。图 6c、6d 中,有许多晶粒的尺寸明显偏大,如白色箭头所指。而在 W 板表面微观凸起与凹陷的过渡区域,凹陷部分的表层组织受到横向挤压力作用,如图 6a 中 e 区域所示。在该区域内,凹陷部分组织受力不均匀。在受横向挤压力较大的方向上,再结晶晶粒生长受限制较大,致使该方向上的尺寸较小。而在受横向挤压力较小的方向上,再结晶晶粒生长受限制相对较小,使得该方向上的尺寸相对较大,如图 6e 中蓝色箭头所指晶粒。

由此可见,除了压力和温度的影响外,原始 W 板的表面粗糙度和微观平整度差异会引起不同区域受力不均匀现象。进而对 W 板表层纳米再结晶组织的晶粒尺寸、形态和组织均匀性等也会产生较大影响。

### 3.4 钨板表层组织力学性能变化

图 7 所示为压力热处理前后,W 板表层组织维氏硬度值及硬度压痕轮廓的对比结果。原始轧制退火态 W 板的维氏硬度值为  $4.16 \pm 0.14$  GPa,硬度压痕轮廓清晰,但轮廓周边有明显塑性变形现象。经过压力热处理后,W 板表层组织的维氏硬度值得到显著提高,图 7 中显示 4 个样品(1#, 2#, 3#, 4#)的硬度值分别为  $4.38 \pm 0.20$ 、 $4.39 \pm 0.13$ 、 $4.44 \pm 0.14$  和  $4.46 \pm 0.10$  GPa,硬度压痕轮廓清

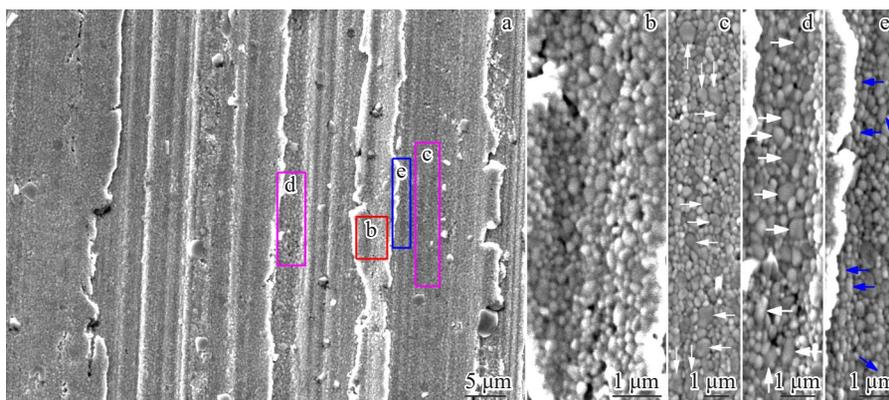


图 6 钨板表面不同区域的微观平整度差异以及受压力较大的紧密贴合区、受压力较小的非紧密贴合区和受力不均匀的过渡区的晶粒形态  
Fig.6 Differences of microscopic flatness on the W plate surface (a); grain morphologies in the tightly bonded areas under high pressure (b), non-tightly bonded areas under low pressure (c-d), and transition areas under uneven stress (e)

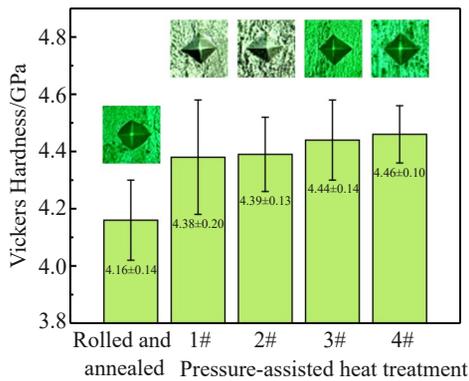


图7 压力热处理前后W板表层组织维氏硬度值及硬度压痕轮廓对比结果

Fig.7 Vickers hardness and hardness indentation profiles on the surface of W plate before and after the pressure-assisted heat treatment

晰,四边平直,塑性变形明显减少。压力热处理后,W板表层组织的晶粒显著细化,由微米晶转变为纳米晶,晶界及晶格畸变区域增多,表层组织能量升高,这使得表层组织的硬度普遍得到提升,塑性变形更加困难。可见,在压力热处理工艺中温度与压力的协同作用下,金属W板表层组织实现晶粒尺寸纳米化,使得表层组织的硬度等力学性能得到提升。

## 4 结论

1)采用压力热处理工艺可以在钨等难熔金属表面成功制备具有一定厚度的纳米晶层,实现钨等难熔金属的表面纳米化,且工艺简单,可操作性强。

2)钨板表面所制备的纳米晶层厚度为2~4 μm,厚度均匀,纳米晶粒多呈等轴状,平均晶粒尺寸普遍小于300 nm,纳米晶层与钨板内部粗晶组织结合牢固,无明显界面。

3)原始钨板的表面粗糙度和微观平整度差异使得在相同宏观应力作用下,钨板不同区域所受应力大小及状态略有不同。这对钨板表面纳米晶层的晶粒尺寸、晶粒形态及组织均匀性有较大影响。

### 参考文献 References

[1] Mitteau R, Missiaen J M, Brustolin P *et al.* *Fusion Engineering and Design*[J], 2007, 82(15–24): 1700  
 [2] Smid I, Akiba M, Vieider G *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 1998, 258–263: 160  
 [3] Wang Y L, Zhuo L C, Yin E. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2021, 100: 105648  
 [4] Greuner H, Zivelonghi A, Böswirth B *et al.* *Fusion Engineering and Design*[J], 2015, 98–99: 1310  
 [5] Bonny G, Konstantinovic M J, Bakaeva A *et al.* *Acta Materialia*[J], 2020, 198: 1

[6] Hao Zhiling(郝志玲), Fan Hongyu(范红玉), Guo Jiayu(郭佳玉) *et al.* *Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2017, 31(6): 415  
 [7] Yin C, Bonny G, Terentyev D. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2021, 546: 152759  
 [8] Chen W, Dong L L, Zhang Z J *et al.* *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*[J], 2016, 27: 5584  
 [9] Valat-Villain P, Durinck J, Renault P. *Journal of Nanomaterials*[J], 2017, 2017(1): 3620910  
 [10] Shi Z C. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*[J], 2020, 782(2): 022040  
 [11] Lu K, Lu J. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 1999, 15(3): 193  
 [12] Yang J, Deng W, Li Q *et al.* *Matter and Radiation at Extremes*[J], 2020, 5(5): 058401  
 [13] Huang Chuanxi(黄传玺), Wang Yaping(王亚萍), Sun Kangning(孙康宁). *Materials Science*(材料科学)[J], 2018, 8(6): 694  
 [14] Song Ningxia(宋宁霞). *The Research of Metal Surface Nanocrystallization and Its Rubbing and Wearing Performance by Ultrasonic Processing*(超声金属表面纳米化及摩擦磨损性能研究)[D]. Tianjin: Tianjin University, 2007  
 [15] Li X B, Zhang F W, Li L *et al.* *Journal of Materials Research and Technology*[J], 2025, 37: 3089  
 [16] Guo H Y, Xia M, Wu Z T *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2016, 480: 281  
 [17] Li P Y, Hu S, Liu Y X *et al.* *Metals*[J], 2022, 12(10): 1673  
 [18] Zhao Dongyang(赵东杨), Zhou Yu(周宇), Zhang Bo(张波). *China Patent*(中国专利), CN110331266A[P]. 2019  
 [19] Zhu Youli(朱有利), Wang Yanli(王燕礼), Bian Feilong(边飞龙) *et al.* *Journal of Mechanical Engineering*(机械工程学报)[J], 2014, 50(20): 35  
 [20] Ren Xudong(任旭东), Li Yinghong(李应红), Ruan Liang(阮亮) *et al.* *China Patent*(中国专利), CN102212818A[P]. 2011  
 [21] Chen Wenge(陈文革), Zhang Zhijun(张志军), Liu Bing(刘冰). *China Patent*(中国专利), CN103484806A[P]. 2013  
 [22] Olugbade T O, Lu J. *Nano Materials Science*[J], 2020, 2(1): 3  
 [23] Mao X Y, Li D Y, Wang Z Z *et al.* *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2013, 23(6): 1694  
 [24] Lan Shuang(兰爽), Li Xiuyan(李秀艳), Lu Ke(卢柯). *China Patent*(中国专利), CN115971788A[P]. 2023  
 [25] Ma Chi(马驰), Zhang Conghui(张聪惠), Zhu Wenguang(朱文光) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(10): 2831  
 [26] Pereira A, Cros A, Delaporte P *et al.* *Applied Physics A*[J], 2004, 79: 1433  
 [27] Zhang S L, Jiang J, Zou X R *et al.* *Frontiers in Chemistry*[J], 2022, 10: 1  
 [28] Xu J B, Zhang B W, Qu W T *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2024, 53(5): 1296  
 [29] Song K, Das S, Reza A *et al.* *Acta Materialia*[J], 2020, 201: 535  
 [30] Xie Zhuoming(谢卓明), Wang Hui(王慧), Cheng Xiang(成

- 祥) *et al. China Patent*(中国专利), CN115716130A[P]. 2023
- [31] Hu Yin(胡殷), Long Zhong(龙重), Zhu Kangwei(朱康伟) *et al. China Patent*(中国专利), CN108456854A[P]. 2018
- [32] Zhou Zhiming(周志明), Huang Weijiu(黄伟九), Peng Chengyun(彭成允) *et al. China Patent*(中国专利), CN101886236A[P]. 2010
- [33] Yin Fei(尹飞), Ma Shengtu(马盛途), Le Xiong(乐雄) *et al. China Patent*(中国专利), CN113046532A[P]. 2021
- [34] Xie Zhongzhu(谢中柱), Guo Ping(郭平), Xie Bifan(谢璧汜) *et al. China Patent*(中国专利), CN110273120A[P]. 2019
- [35] Cao Dong(曹栋), Liu Jianqiang(刘建强), Feng Lunlun(冯仑仑) *et al. Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2015, 40(7): 25
- [36] Xu Hong(徐红). *Foundry Technology*(铸造技术)[J], 2018, 39(7): 1568
- [37] Alexander A, Magnus A, Dimitris C *et al. Powder Metallurgy*[J], 2017, 60(3): 167
- [38] Saito R E, da Silva R C, Bezzon V D N *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2025, 1036: 181851
- [39] Zhao Jiaming, Terasawa Daichi, Do Thi-Mai-Dung *et al. Journal of Solid State Chemistry*[J], 2025, 342: 125104
- [40] Tang Yao, Zhou Haofei. *Acta Mechanica Sinica*[J], 2023, 39(3): 122413
- [41] Shi Honggang(史洪刚), Qi Zhiwang(齐志望), Shang Fujun(尚福军) *et al. Ordnance Material Science and Engineering*(兵器材料科学与工程)[J], 2006(1): 29

## Nanocrystallization on Surface Layer of Tungsten Using Pressure-Assisted Heat Treatment Process

Zhang Pengfei<sup>1</sup>, He Huanju<sup>1</sup>, Zhang Zhansheng<sup>1</sup>, Wang Biao<sup>1</sup>, Qu Jingjing<sup>1</sup>, Lin Tiesong<sup>2</sup>, Yang Zhihua<sup>3</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471000, China)

(2. State Key Laboratory of Advanced Welding and Joining, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

(3. Institute for Advanced Ceramics, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

**Abstract:** To further improve the service life of tungsten (W) workpieces under harsh working conditions such as high-energy irradiation and arc erosion, it is necessary to carry out nanocrystallization treatment on the W surface to further improve the fatigue resistance and radiation resistance of surface materials. However, due to the high melting point and high hardness of W, it is very difficult for the surface material of W to undergo plastic deformation or local melting. This research used pure W plate as raw material. The W plate was applied with a pressure of 10 MPa, and then it was heated to 900 °C in a vacuum environment and kept at this target temperature for 3 h. The surface of W plate was treated by the pressure-assisted heat treatment process. The results show that for the treated W plate, a nanocrystalline layer with a thickness of 2–4 μm is formed on its surface, and the nanocrystal layer exhibits a uniform thickness. The nanocrystals are equiaxed in shape, with an average grain size generally less than 300 nm. However, the microstructure inside W plate still keeps coarse grains. The nanocrystalline layer is firmly bonded to the internal coarse grains, without any obvious interfaces. This work is potentially to explore a more efficient and convenient technical path for the surface nanocrystallization of refractory metals such as W, which has important theoretical significance and practical application value.

**Key words:** tungsten; surface treatment; surface nanocrystallization; pressure-assisted heat treatment; refractory metals

---

Corresponding author: Zhang Pengfei, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471000, P. R. China, E-mail: zhangpengfei@haust.edu.cn