



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) **EP 0 861 913 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**09.05.2001 Patentblatt 2001/19**

(51) Int Cl.7: **C22C 33/02, B22F 9/30**

(21) Anmeldenummer: **98102700.6**

(22) Anmeldetag: **17.02.1998**

(54) **Phosphorhaltige Eisenpulver**

Iron powder containing phosphorus

Poudre de fer contenant du phosphore

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL**

(30) Priorität: **19.02.1997 DE 19706525**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**02.09.1998 Patentblatt 1998/36**

(73) Patentinhaber: **BASF AKTIENGESELLSCHAFT  
67056 Ludwigshafen (DE)**

(72) Erfinder:  
• **Leutner, Bernd, Dr.  
67227 Frankenthal (DE)**

• **Friedrich, Gabriele, Dr.  
67061 Ludwigshafen (DE)**

• **Schlegel, Reinhold  
67454 Hassloch (DE)**

(74) Vertreter: **Isenbruck, Günter, Dr. et al  
Patent- und Rechtsanwälte,  
Bardehle-Pagenberg-Dost-Altenburg-Geissler-Isenbruck  
Theodor-Heuss-Anlage 12  
68165 Mannheim (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:  
**EP-A- 0 409 647 GB-A- 808 163  
GB-A- 824 147**

**EP 0 861 913 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft phosphorhaltige Eisenpulver und ein Verfahren zu ihrer Herstellung.

**[0002]** Für bestimmte Anwendungen, beispielsweise in der Pulvermetallurgie, werden Metallpulver mit definierten mechanischen Eigenschaften benötigt. Für solche Anwendungen kommen beispielsweise Pulver aus Eisen-Phosphor-Legierungen in Frage, bei denen mechanische Eigenschaften wie Härte und Sprödigkeit über den Phosphorgehalt einstellbar sind.

**[0003]** In Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie, Band Eisen, Teil A, Abteilung II, 8. Auflage 1934/39, Seite 1784-85 sind klassische Verfahren zur Darstellung von Eisen-Phosphor-Legierungen bzw. Eisenphosphiden (mit ganzzahligem Eisen-Phosphor-Verhältnis) beschrieben. Danach werden Eisen-Phosphor-Legierungen oder Eisenphosphide direkt aus den Elementen, durch Reduktion von Phosphoroxiden in Gegenwart von Eisen oder durch gemeinsame Reduktion von Phosphor- und Eisenverbindungen hergestellt.

**[0004]** So können Präparate mit einem Phosphorgehalt bis zu 30 Gew.-% durch Schmelzen von Eisen mit rotem Phosphor unter Stickstoffatmosphäre oder durch Einwirkung von Phosphordampf auf rotglühendes Eisen dargestellt werden. Höhere Phosphide mit einem Phosphorgehalt von über 50 Gew.-% entstehen beim Erhitzen der niederen Phosphide in einer Atmosphäre von gesättigtem Phosphordampf.

**[0005]** Eisen-Phosphor-Legierungen können weiterhin dargestellt werden, indem man eine Mischung von Eisenspänen und  $P_2O_5$  mit Kohlepulver oder auch ohne Zusatz von Kohle schmilzt. Eisen-Phosphor-Legierungen und Eisenphosphide entstehen ferner bei der Reduktion von  $Fe_3PO_4$  durch Wasserstoff oder Kohlenstoff oder bei der Reduktion einer Mischung von Calciumphosphat und  $Fe_2O_3$  durch Kohlenstoff.

**[0006]** Die genannten Verfahren erfordern im allgemeinen hohe Temperaturen. Um Eisen mit Phosphor zur Reaktion zu bringen, muß ersteres mindestens bis zur Rotglut erhitzt werden. Die durch Reduktion erhaltenen Eisen-Phosphor-Legierungen weisen ferner einen hohen Gehalt an Nebenbestandteilen auf.

**[0007]** Bei der Phosphorherstellung durch Reduktion phosphathaltiger Eisenerze im Elektroofen fällt eine Legierung aus Eisen und Phosphor, Ferrophosphor, mit 20 bis 27 Gew.-% Phosphor als Nebenprodukt an. Ferrophosphor enthält als Nebenbestandteile 1 - 9 % Silizium sowie weitere Metalle wie Titan, Vanadium, Chrom und Mangan.

**[0008]** Für Anwendungen, bei denen hochreine Eisenpulver mit definiertem Phosphorgehalt und Teilchengrößen  $< 50 \mu m$  erforderlich sind, sind die nach den vorstehend genannten Verfahren hergestellten Eisen-Phosphor-Legierungen ungeeignet.

**[0009]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von phosphorhaltigem Eisenpulver mit in weiten Grenzen variierbarem Phosphorge-

halt und einem möglichst geringen Anteil an Nebenbestandteilen bereitzustellen.

**[0010]** Die Erfindung sieht bei einem Verfahren zur Herstellung von phosphorhaltigem Eisenpulver, bei dem metallisches Eisen mit elementarem Phosphor erhitzt und das erhaltene Produkt zu Pulver zerkleinert wird, vor, daß das metallische Eisen in Form von feinteiligem Carbonyleisen eingesetzt wird.

**[0011]** Unter feinteiligem Carbonyleisen werden erfindungsgemäß Carbonyleisenpulver und Carbonyleisenwhiskers verstanden.

**[0012]** Carbonyleisenpulver und Carbonyleisenwhiskers können nach bekannten Verfahren durch thermische Zersetzung von Eisenpentacarbonyl in der Gasphase erhalten werden, z.B. wie in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th Edition, Vol. A 14, Seite 599 bzw. in DE 3 428 121 oder in DE 3 940 347 beschrieben, und bestehen aus besonders reinem metallischem Eisen. Die hohe Reinheit der Pulver bzw. Whiskers wird durch die hohe Reinheit des Eisenpentacarbonyls bedingt. Je nach Zersetzungsbedingungen (Druck, Temperatur) werden Pulver oder Whiskers gebildet.

**[0013]** Carbonyleisenpulver ist ein graues, feinteiliges Pulver aus metallischem Eisen mit einem geringen Gehalt an Nebenbestandteilen, das im wesentlichen aus kugelförmigen Teilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser bis  $10 \mu m$  besteht.

**[0014]** In dem erfindungsgemäßen Verfahren können mechanisch harte, nicht reduzierte Carbonyleisenpulver oder mechanisch weiche, reduzierte Carbonyleisenpulver verwendet werden.

**[0015]** Die in dem erfindungsgemäßen Verfahren bevorzugt verwendeten nichtreduzierten Carbonyleisenpulver weisen einen Eisengehalt von  $> 97$  Gew.-%, einen Kohlenstoffgehalt von  $< 1,0$  Gew.-%, einen Stickstoffgehalt von  $< 1,0$  Gew.-% und einen Sauerstoffgehalt von  $< 0,5$  Gew.-% auf. Der mittlere Teilchendurchmesser der Pulverteilchen liegt vorzugsweise zwischen  $1$  und  $10 \mu m$ , besonders bevorzugt zwischen  $1,5$  und  $5,0 \mu m$ , ihre spezifische Oberfläche (BET) liegt vorzugsweise zwischen  $0,2$  und  $2,5 m^2/g$ .

**[0016]** Die in dem erfindungsgemäßen Verfahren bevorzugt verwendeten reduzierten Carbonyleisenpulver weisen einen Eisengehalt von  $> 99,5$  Gew.-%, einen Kohlenstoffgehalt von  $< 0,06$  Gew.-%, einen Stickstoffgehalt von  $< 0,1$  Gew.-% und einen Sauerstoffgehalt von  $< 0,4$  Gew.-% auf. Der mittlere Teilchendurchmesser der Pulverteilchen beträgt bevorzugt  $1 - 8 \mu m$ , besonders bevorzugt  $4,0 - 8,0 \mu m$ . Die spezifische Oberfläche der Pulverteilchen beträgt vorzugsweise  $0,2 - 2,5 m^2/g$ .

**[0017]** Carbonyleisenwhiskers sind sehr feine, polykristalline Eisenfäden. Die in dem erfindungsgemäßen Verfahren bevorzugt verwendeten Carbonyleisenwhiskers bestehen aus fadenförmigen Anordnungen von Kügelchen mit Durchmesser der Kügelchen zwischen  $0,1 - 1 \mu m$ , wobei die Fäden unterschiedliche Länge haben und Knäuel bilden können, und weisen einen Ei-

sengehalt von > 83,0 Gew.-%, einen Kohlenstoffgehalt von < 8,0 Gew.-%, einen Stickstoffgehalt von < 4,0 Gew.-% und einen Sauerstoffgehalt von < 7,0 Gew.-% auf.

**[0018]** Die in dem erfindungsgemäßen Verfahren bevorzugt verwendeten Carbonyleisenpulver und -whiskers weisen einen sehr geringen Gehalt an Fremdmetallen auf, der zumeist unterhalb der Nachweisgrenze der Atomabsorptionsanalyse liegt und auf der Herstellung aus der sehr reinen Ausgangsverbindung Eisenpentacarbonyl beruht. U. a. enthalten die Carbonyleisenpulver folgende Anteile an weiteren Fremdelementen: Nickel < 100 ppm, Chrom < 150 ppm, Molybdän < 20 ppm, Arsen < 2 ppm, Blei < 10 ppm, Cadmium < 1 ppm, Kupfer < 5 ppm, Mangan < 10 ppm, Quecksilber < 1 ppm, Schwefel < 10 ppm, Silizium < 10 ppm und Zink < 10 ppm.

**[0019]** Elementarer Phosphor kann in allen bekannten Modifikationen, d.h. als weißer, roter, schwarzer oder violetter Phosphor eingesetzt werden. Bevorzugt wird in dem erfindungsgemäßen Verfahren roter Phosphor eingesetzt. Der in dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte rote Phosphor kann als Nebenbestandteil insbesondere noch Wasser enthalten.

**[0020]** Die Reaktion wird bei Temperaturen oberhalb Raumtemperatur vorgenommen. Beispielsweise kann als Reaktionsgefäß ein beheizbares Rohr aus einem hitzebeständigen Material wie Quarz verwendet werden. Carbonyleisenpulver bzw. -whiskers und elementarer Phosphor werden intensiv gemischt. Die Reaktionsmischung aus Carbonyleisenpulver bzw. -whiskers und elementarem Phosphor wird in dem Reaktionsgefäß bis zum Einsetzen der exothermen Reaktion aufgeheizt. Nach Einsetzen der Reaktion kann die Temperatur durch die Reaktionswärme weiter ansteigen. Vorzugsweise wird die Umsetzung bei einer Temperatur oberhalb 300°C durchgeführt, besonders bevorzugt bei einer Temperatur zwischen 380°C und 550°C.

**[0021]** Die Umsetzung wird vorzugsweise unter weitgehendem Ausschluß von atmosphärischem Sauerstoff vorgenommen. Dies kann beispielsweise durch Reaktionsführung in einer Inertgasatmosphäre geschehen. Bevorzugt wird die Umsetzung in einer Inertgasatmosphäre aus Stickstoff vorgenommen. Die Umsetzung wird bevorzugt bei Atmosphärendruck durchgeführt.

**[0022]** Vorteilhaft an dem erfindungsgemäßen Verfahren ist, daß das Eisen-Phosphor-Verhältnis der Pulver beliebig durch Wahl der Ausgangszusammensetzung variiert werden kann.

**[0023]** Vorzugsweise werden Carbonyleisenpulver und Phosphor in einem Massenverhältnis zwischen 99,9 : 0,1 % und 30 : 70 % umgesetzt, besonders bevorzugt in einem Masseverhältnis zwischen 99 : 1 % und 70 : 30 %.

**[0024]** Je nach Wahl der Ausgangszusammensetzung kann der Phosphorgehalt der erhaltenen phosphorhaltigen Eisenpulver zwischen 0,1 und 80 Gew.-% liegen. Vorzugsweise liegt er zwischen ca. 0,5 und 20

Gew.-%, besonders bevorzugt zwischen ca. 1 und 10 Gew.-%.

**[0025]** Vorteilhaft an dem erfindungsgemäßen Verfahren ist weiterhin der - bedingt durch die Reinheit der Ausgangsstoffe - niedrige Gehalt an Nebenbestandteilen der erhaltenen Pulver. Der Gehalt der erfindungsgemäßen phosphorhaltigen Eisenpulver an den Elementen Ni, Cr, Mo, As, Pb, Cd, Cu, Mn, Hg, S, Si und Zn wird bei Verwendung von hochreinem Phosphor im wesentlichen durch den Gehalt der eingesetzten Carbonyleisenpulver an diesen Elementen begrenzt. Er kann insgesamt unterhalb 0,035 Gew.-% liegen. Der Kohlenstoffgehalt der Pulver liegt bevorzugt unterhalb 5 Gew.-%, besonders bevorzugt unterhalb 1 Gew.-%. Der Stickstoffgehalt der Pulver liegt bevorzugt unterhalb 5 Gew.-%, besonders bevorzugt unterhalb 1 Gew.-%. Der Wasserstoffgehalt der Pulver liegt bevorzugt unterhalb 1 Gew.-%, besonders bevorzugt unterhalb 0,5 Gew.-%.

**[0026]** Der Gehalt der Pulver an weiteren Fremdelementen liegt vorzugsweise unterhalb der für Carbonyleisenpulver vorstehend genannten Grenzen.

**[0027]** Ferner ist es möglich, die phosphorhaltigen Eisenpulver nach bekannten Verfahren, wie z. B. in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Fifth edition, Vol. A 14, S. 599 beschrieben, durch Erhitzen im Wasserstoffstrom weitgehend von Kohlenstoff, Sauerstoff und Stickstoff zu befreien.

**[0028]** Auf diese Weise können der Kohlenstoffgehalt auf unter 0,1 Gew.-% und der Stickstoffgehalt auf unter 0,01 Gew.-% gesenkt werden.

**[0029]** Vorteilhaft sind ferner die niedrigen Umsetzungstemperaturen, die wahrscheinlich auf die großen spezifischen Oberflächen der eingesetzten feinteiligen Carbonyleisenpulver und -whiskers zurückzuführen sind.

**[0030]** Das erhaltene Produkt wird nachfolgend - beispielsweise durch Mahlen - mechanisch zu einem Pulver zerkleinert.

**[0031]** Die mechanischen Eigenschaften der erfindungsgemäßen phosphorhaltigen Eisenpulver werden insbesondere durch ihren Phosphorgehalt bestimmt. Die Pulver werden daher besonders vorteilhaft für Anwendungen, bei denen definierte mechanische Eigenschaften wie Härte oder Sprödigkeit gefordert sind, eingesetzt.

**[0032]** Bevorzugte Anwendungen der erfindungsgemäßen phosphorhaltigen Eisenpulver liegen auf dem Gebiet der Pulvermetallurgie. Die Pulvermetallurgie ist ein Spezialgebiet der Werkstoffherzeugung und -verarbeitung, bei dem pulverförmige Stoffe auf metallischer Basis durch Pressen und/oder Sintern zu Formkörpern verbunden werden. Bevorzugte Anwendungen sind beispielsweise das Formpressen und der Pulverspritzguß ("Metal Injection molding").

**[0033]** Das erfindungsgemäße phosphorhaltige Eisenpulver kann für sich allein oder gemischt mit anderen Metallpulvern - z.B. aus Nickel, Kobalt, Bronze - zur Herstellung von Eisenlegierungen eingesetzt werden.

**[0034]** Nach den oben genannten Verfahren kann das erfindungsgemäße feinteilige phosphorhaltige Eisen beispielsweise auch zum Einbetten von Industriediamanten in Schneide- und Schleifwerkzeugen sowie zur Herstellung von Metallkeramiken, sogenannte Cermets, verwendet werden.

**[0035]** Die Erfindung wird anhand der nachfolgenden Beispiele zusätzlich erläutert.

#### BEISPIEL 1

**[0036]** In ein Drehrohr aus Quarzglas werden 45,0 g (0,806 mol) mechanisch hartes Carbonyleisenpulver HS 5103 (BASF AG, Ludwigshafen, DE) mit einem mittleren Teilchendurchmesser von ca. 3  $\mu\text{m}$  und 5,0 g (0,161 mol) Phosphor rot (Merck Darmstadt, DE), die vorher gut vermischt wurden, eingefüllt. Die Apparatur wird zuerst mit  $\text{N}_2$  gespült und dann unter  $\text{N}_2$ -Spülung ca. 1 h lang auf 530°C geheizt.

**[0037]** Durch das Rohr wird während des Versuchs ein Stickstoffstrom (10 l/h) geleitet. Die Temperaturmessung erfolgt über Thermoelemente, wobei eines die Ofentemperatur, ein zweites, das direkt ins Pulver ragt, die Temperatur der Reaktionsmischung anzeigt.

**[0038]** Bei ca. 450°C setzt eine exotherme Reaktion ein, was sich durch ein Ansteigen der Temperatur der Reaktionsmischung auf ca. 550°C innerhalb weniger Minuten bemerkbar macht. Die Bildung der Eisen-Phosphor-Legierung ist danach beendet, was durch einen Abfall der Temperatur angezeigt wird. Man läßt das Pulver auf Raumtemperatur abkühlen. Es werden 48,2 g graues, verbackenes Produkt aus dem Rohr entfernt, das an der Luft zerstoßen wird und die folgende Elementzusammensetzung aufweist:

Fe 85,0; P 8,1; C 0,5; O 7,0; H < 0,5; N 0,24 [Gew.-%].

#### BEISPIEL 2

**[0039]** Herstellung wie in Beispiel 1, jedoch werden 36,0 g (0,645 mol) mechanisch weiches Carbonyleisenpulver SM 6256 (BASF AG, Ludwigshafen, DE) mit einem mittleren Teilchendurchmesser von ca. 3  $\mu\text{m}$  und 4,0 g (0,129 mol) roter Phosphor (Merck Darmstadt, DE) verwendet. Es werden 40,1 g graues, verbackenes Produkt erhalten, das die folgende Elementzusammensetzung aufweist:

Fe 88,3; P 7,9; C < 0,5; O 3,6; H < 0,5; N 0,24 [Gew.-%].

#### BEISPIEL 3

**[0040]** 90 kg mechanisch hartes Carbonyleisenpulver mit einem mittleren Teilchendurchmesser von ca. 3  $\mu\text{m}$  und 10 kg roter Phosphor (Hoechst-Knapsack) werden intensiv gemischt. Das Gemisch wird auf einem Blech in einen mit Stickstoff inertisierten Ofen eingebracht und innerhalb von 2 Stunden auf ca. 420°C aufgeheizt. Durch das Einsetzen der Reaktion bei ca. 420°C heizt sich das Gemisch weiter auf. Die Heizung wird abge-

schaltet, das Produkt bis auf Zimmertemperatur abgekühlt und als leicht zusammengebackenes graues Pulver entnommen. Dieses Pulver wird in einer Mühle mit Stahlmahlkörpern auf einen mittleren Teilchendurchmesser von ca. 5  $\mu\text{m}$  zerkleinert.

**[0041]** Das Produkt weist folgende Elementzusammensetzung auf:

Fe 89,1; P 9,8; C 0,59; N 0,04 [Gew.-%].

**[0042]** Die gemäß Beispielen 1 - 3 hergestellten Eisenpulver bestehen laut röntgenpulverdiffraktometrischer Analyse aus Eisen und Eisenphosphiden unterschiedlicher Stöchiometrie ( $\text{FeP}$ ,  $\text{Fe}_2\text{P}$  und  $\text{Fe}_3\text{P}$ ).

#### 15 Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von einem phosphorhaltigem Eisenpulver, bei dem metallisches Eisen mit elementarem Phosphor gemischt und erhitzt und das erhaltene Produkt zu Pulver zerkleinert wird, wobei das metallische Eisen in Form von feinteiligem Carbonyleisen eingesetzt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren bei einer Temperatur oberhalb 300°C durchgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß feinteiliges Carbonyleisen mit elementarem Phosphor in einer Inertgasatmosphäre erhitzt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß elementarer Phosphor in Form von rotem Phosphor eingesetzt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als feinteiliges Carbonyleisen Carbonyleisenpulver mit den Merkmalen

Kohlenstoffgehalt unter 1 Gew.-%

Stickstoffgehalt unter 1 Gew.-%

Sauerstoffgehalt unter 0,5 Gew.-%

Gehalt an weiteren Fremdelementen insgesamt unter 0,1 Gew.-% eingesetzt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß als feinteiliges Carbonyleisen Carbonyleisenpulver mit den Merkmalen

Kohlenstoffgehalt unter 0,06 Gew.-%

Stickstoffgehalt unter 0,1 Gew.-%

Sauerstoffgehalt unter 0,4 Gew.-%

Gehalt an weiteren Fremdelementen insgesamt unter 0,1 Gew.-% eingesetzt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß feinteiliges Carbonylei-

sen mit elementarem Phosphor in einem Massenverhältnis zwischen 99 : 1 % und 70 : 30 % erhitzt wird.

**8.** Phosphorhaltiges Eisenpulver mit den Merkmalen 5

Phosphorgehalt zwischen 0,1 und 80 Gew.-%,  
Kohlenstoffgehalt unter 1 Gew.-%,  
Stickstoffgehalt unter 1 Gew.-%,  
Wasserstoffgehalt unter 0,5 Gew.-%,  
Gehalt an weiteren, von Sauerstoff verschiedenen Fremdelementen insgesamt unter 0,1 %, mittlerer Teilchendurchmesser < 10 µm, herstellbar nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6. 10 15

**9.** Phosphorhaltiges Eisenpulver nach Anspruch 8 mit den Merkmalen

Kohlenstoffgehalt unter 0,06 Gew.-%,  
Stickstoffgehalt unter 0,1 Gew.-%,  
Wasserstoffgehalt unter 0,4 Gew.-%. 20

**Claims** 25

**1.** A process for preparing pure phosphorus-containing iron powder, in which metallic iron is mixed with elemental phosphorus and heated and the product obtained is comminuted to give a powder, wherein the metallic iron is used in the form of finely divided carbonyl iron. 30

**2.** A process as claimed in claim 1 carried out at a temperature above 300°C. 35

**3.** A process as claimed in claim 1 or 2, wherein finely divided carbonyl iron is heated with elemental phosphorus in an inert gas atmosphere. 40

**4.** A process as claimed in any of claims 1 to 3, wherein the elemental phosphorus is used in the form of red phosphorus.

**5.** A process as claimed in any of claims 1 to 4, wherein the finely divided carbonyl iron used is carbonyl iron powder having the features 45

carbon content below 1% by weight  
nitrogen content below 1% by weight  
oxygen content below 0.5% by weight  
total content of further extraneous elements below 0.1% by weight. 50

**6.** A process as claimed in claim 5, wherein the finely divided carbonyl iron used is carbonyl iron powder having the features 55

carbon content below 0.06% by weight  
nitrogen content below 0.1% by weight  
oxygen content below 0.4% by weight  
total content of further extraneous elements below 0.1% by weight.

**7.** A process as claimed in any of claims 1 to 6, wherein finely divided carbonyl iron is heated with elemental phosphorus in a mass ratio of from 99:1 to 70:30.

**8.** A phosphorus-containing iron powder having the features

phosphorus content from 0.1 to 80% by weight,  
carbon content below 1% by weight,  
nitrogen content below 1% by weight,  
hydrogen content below 0.5% by weight,  
total content of further extraneous elements other than oxygen below 0.1%,  
mean particle diameter <10 µm,  
able to be prepared by a process as claimed in any of claims 1 to 6.

**9.** A phosphorus-containing iron powder as claimed in claim 8 having the features

carbon content below 0.06% by weight,  
nitrogen content below 0.1% by weight,  
hydrogen content below 0.4% by weight.

**Revendications**

**1.** Procédé de préparation d'une poudre de fer contenant du phosphore, dans lequel on mélange le fer métallique à du phosphore élémentaire et l'on chauffe, après quoi le produit obtenu est réduit en poudre, le fer métallique étant mis en oeuvre sous forme de fer carbonyle finement divisé.

**2.** Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le procédé est entrepris à une température supérieure à 300°C.

**3.** Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le fer carbonyle finement divisé est chauffé avec le phosphore élémentaire dans une atmosphère de gaz inerte.

**4.** Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le phosphore élémentaire est mis en oeuvre sous forme de phosphore rouge.

**5.** Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on utilise comme fer carbonyle finement divisé de la poudre de fer carbonyle présentant les caractéristiques suivantes:

Teneur en carbone inférieure à 1% en poids  
 Teneur en azote inférieure à 1% en poids  
 Teneur en oxygène inférieure à 0,5% en poids  
 Teneur totale en autres éléments étrangers inférieure à 0,1% en poids. 5

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'on utilise comme fer carbonyle finement divisé de la poudre de fer carbonyle présentant les caractéristiques suivantes: 10

Teneur en carbone inférieure à 0,06% en poids  
 Teneur en azote inférieure à 0,1% en poids  
 Teneur en oxygène inférieure à 0,4% en poids  
 Teneur totale en autres éléments étrangers inférieure à 0,1% en poids. 15

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le fer carbonyle finement divisé est chauffé en présence de phosphore élémentaire en proportion massique de 99 : 1% à 70 : 30%. 20

8. Poudre de fer contenant du phosphore présentant les caractéristiques suivantes: 25

Teneur en phosphore de 0,1 à 80% en poids,  
 Teneur en carbone inférieure à 1% en poids,  
 Teneur en azote inférieure à 1% en poids,  
 Teneur en hydrogène inférieure à 0,5% en poids, 30  
 Teneur totale en autres éléments étrangers autres que l'oxygène inférieure à 0,1%,  
 Diamètre particulaire moyen < 10 µm,  
 que l'on peut préparer par un procédé selon l'une des revendications 1 à 6. 35

9. Poudre de fer contenant du phosphore selon la revendication 8, présentant les caractéristiques suivantes: 40

Teneur en carbone inférieure à 0,06% en poids,  
 Teneur en azote inférieure à 0,1% en poids,  
 Teneur en hydrogène inférieure à 0,4% en poids. 45

50

55