(11) Veröffentlichungsnummer:

0 131 271

Α1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 84107888.4

(5) Int. Cl.4: **C 21 C 1/10** C 22 C 33/08, B 22 F 1/00

(22) Anmeldetag: 05.07.84

(30) Priorität: 06.07.83 DE 3324357 09.02.84 DE 3404607

- (43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 16.01.85 Patentblatt 85/3
- (84) Benannte Vertragsstaaten: DE FR GB IT SE
- (71) Anmelder: SKW Trostberg Aktiengesellschaft Dr.-Albert-Frank-Strasse 32 Postfach 1150/1160 D-8223 Trostberg(DE)
- (71) Anmelder: METALLGESELLSCHAFT AG Reuterweg 14 Postfach 3724 D-6000 Frankfurt/M.1(DE)

2 Erfinder: Wolfsgruber, Friedrich

Kraftwerkstrasse 2 D-8221 Tacherting(DE)

- (72) Erfinder: Weiser, Ernst Anton Karl-Valentin-Strasse 11 D-8261 Unterneukirchen(DE)
- (72) Erfinder: Gmöhling, Werner, Dr. Waginger Strasse 17 D-8221 Hufschlag(DE)
- (72) Erfinder: Kern, Hans Pienzenauerstrasse 9 D-8223 Trostberg(DE)
- (72) Erfinder: Reifferscheid, Karl Josef Lindenweg 23 D-6367 Karben-1(DE)
- (74) Vertreter: Weickmann, Heinrich, Dipl.-ing. et al, Patentanwälte Dipl.-Ing. H.Weickmann Dipl.-Phys.Dr. K.Fincke Dipl.-Ing. F.A.Weickmann Dipl.-Chem. B. Huber Dr.-Ing. H. Liska Dipl.-Phys.Dr. J. Prechtel Möhlstrasse 22 D-8000 München 80(DE)

(54) Behandlungsmittel für Gusseisenschmelzen und Verfahren zu seiner Herstellung.

57) Ein Behandlungsmittel für Gußeisenschmelzen auf basis von Ferrosiliciummagnesium mit einem Siliciumgehalt von 40 bis 80% und einem Magnesiumgehalt von 0,5 bis 15% liegt in Form von Granalien mit einer spezifischen Oberfläche von 0,2 bis 0,8 m²/g nach BET vor und ergibt eine besonders ruhige und gleichmäßige Reaktion mit der Eisenschmelze. Seine Herstellung erfolgt, indem man einen Schmelzstrahl einer Ferrosiliciummagnesiumlegiefung auf eine Prallplatte aus feuerfestem Material lenkt und die von der Praliplatte zurückgeschleuderten Schmelztropfen in einen flüssigkeitsgefüllten Auffangbehälter erstarren läßt.

<u>Beschreibung</u>

Die Erfindung betrifft ein Behandlungsmittel zur Herstellung von Gußeisen mit Kugel- oder Vermiculargraphit sowie ein Verfahren zu seiner Herstellung.

Es ist bekannt, magnesiumhaltige Behandlungsmittel zur Herstellung von Gußeisen mit Kugel- oder Vermiculargraphit zu verwenden. Die Zugabe des Magnesiums verbessert die Festigkeitseigenschaften des Gußeisens durch seine Eigenschaft, den Graphit in die Kugel- bzw. Kompaktgraphitform zu überführen. Zwar ist es prinzipiell möglich, metallisches Magnesium in das flüssige Eisen einzubringen, doch sind wegen der damit verbundenen Explosionsgefahr besondere Maßnahmen erforderlich, die meistens technisch sehr aufwendig sind.

Man hat deshalb versucht, auch magnesiumhaltige Legierungen, wie z. B. Ferrosiliciummagnesium, anstelle von metallischem Magnesium zu verwenden. Trotzdem kann es auch zu heftigen bzw. ungleichmäßigen Reaktionen kommen, wodurch die Gefahr des Auswurfes von flüssigem Gußeisen aus der Behandlungspfanne gegeben ist.

Gemäß der DE-AS 18 00 447 hat man dieses Problem dadurch zu lösen versucht, daß man ein Gemisch aus feinkörnigem Calciumsilicium oder Ferrosilicium-magnesium einsetzt, das mit Salzen von Erdalkalimetallen oder Seltenen Erden überzogen wird. Ganz abgesehen davon, daß die Herstellung solcher überzüge wegen der Trocknung zusätzlich Energiekosten verursacht, ist es nicht in jedem Falle günstig, weitere Komponenten in die Schmelze einzuführen.

Aus der DE-OS 17 58 768 sind Behandlungsmittel bekannt, die einen Überzug aus feuerfesten Massen aufweisen, womit die Reaktionsheftigkeit gemildert und die Behandlung gesteuert werden soll. Schließlich wird in der DE-OS 21 57 395 vorgeschlagen, die feinkörnigen magnesiumhaltigen Ferrosiliciumlegierungen mit pulverförmigen, bindemittelhaltigen Behandlungsstoffen aus Graphit, Schwefel oder Metallen zu überziehen, wobei als Bindemittel Kondensationsharze, Stärke- oder Zellulosederivate oder anorganische Stoffe wie z. B. Wasserglas, eingesetzt werden. Die Nachteile all dieser bekannten Mittel sind darin zu sehen, daß diese in zusätzlichen Verfahren mit irgendwelchen Überzügen versehen werden müssen und daß auf diese Weise z. T. unerwünschte Begleitstoffe in die Schmelze eingebracht werden.

Der vorliegenden Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, ein Behandlungsmittel für Gußeisenschmelzen auf Basis von Ferrosiliciummagnesium mit einem Siliciumgehalt von 40 bis 80 % und einem Magnesiumgehalt von 1 bis 15 % zu entwickeln, welches die genannten Nachteile nicht aufweist und das ohne die Zuhilfenahme von irgendwelchen Überzügen eine gleichmäßige und stoßfreie Reaktion ermöglicht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Ferrosiliciummagnesium obiger Zusammensetzung in Form von Granalien mit einer spezifischen Oberfläche von 0,2 bis 0,8 m²/g.

Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß das erfindungsgemäße Mittel mit seiner bestimmten spezifischen Oberfläche mit der Eisenschmelze eine äußerst gleichförmige und ruhige Reaktion eingeht. Darüberhinaus

weisen die mit dem erfindungsgemäßen Behandlungsmittel hergestellten Gußeisenstücke geringe Schlacken- und Oberflächenfehler auf, was ebenfalls nicht vorhersehbar war.

Die erfindungsgemäßen Behandlungsmittel sind Ferrosiliciummagnesium-Granalien und weisen neben einer spezifischen
Oberfläche nach BET zwischen 0,2 bis 0,8 m²/g zweckmäßig
eine Korngröße von 0,1 bis 20 mm, vorzugsweise 1 bis
3mm auf. Ihre spezifische Oberfläche ist somit wesentlich größer als diejenige von normalen, gebrochenen
Ferrosiliciummagnesium-Teilchen gleicher Körnung. Diese
große spezifische Oberfläche ist auf die porige und
zerklüftete Oberflächenstruktur der Granalien zurückzuführen, welche durch das Herstellungsverfahren bedingt
ist.

In einer bevorzugten Ausführungsform enthält das erfindungsgemäße Mittel noch 2 bis 50 Gew.-% Fluoride von Erdalkalimetallen wie z. B. CaF₂ oder MgF₂, und/oder von Seltenen Erden, bezogen auf das Gewicht des Behandlungsmittels. Diese Zusätze beeinflussen die Schlackenbildung positiv.

Daneben können die Ferrosiliciummagnesium-Granalien der Erfindung noch 0,1 bis 5 Gew.-% Seltene Erden, bezogen auf das Gewicht des Behandlungsmittels, enthalten, wobei die Seltenen Erden bevorzugt aus 40 bis 100 %, insbesondere 40 bis 50 % Cer oder aus 100 % Lanthan bestehen. Diese Zusätze verbessern die Kugelgraphitbildung des Gußeisens weiter.

Diese Struktur der Granalien wird erfindungsgemäß dadurch erhalten, daß man einen Schmelzstrahl einer Ferrosiliciummagnesium-Legierung auf eine Prallplatte aus feuerfestem Material lenkt und die von der Prallplatte zurückgeschleuderten Schmelztropfen in einem flüssigkeitsgefüllten Auffangbehälter erstarren läßt. Das Grundprinzip dieser Granulierungsmethode ist für die Herstellung von Granulaten mit glatter Oberfläche bekannt und kann z. B. mit einer Vorrichtung gemäß der DE-AS 10 24 315 durchgeführt werden. Im Falle der Ferrosiliciummagnesium-Schmelze erhält man jedoch überraschenderweise nicht die üblichen Granulate mit glatter Oberfläche, sondern zerklüftete Körner mit einer porigen Oberflächenstruktur und einer großen spezifischen Oberfläche. Die Fallhöhe des Schmelzstrahls beträgt vorzugsweise etwa 0,1 bis 1,0 m. Man erhält so den gewünschten Korngrößenbereich von 0,1 bis 20 mm, vorzugsweise von 1 bis 3 mm. Da die Korngröße auch von der Durchflußmenge der Schmelze abhängt, empfiehlt es sich, die geschmolzene Ferrosiliciummagnesium-Legierung in einer Menge von 50 bis 500 kg/pro Minute einzusetzen. Es ist auch möglich, mit anderen Mengen und Fallhöhen zu arbeiten, doch haben sich die oben angegebenen Parameter als besonders vorteilhaft erwiesen.

Die Art der Flüssigkeit im Auffangbehälter hat auf die Oberflächenbeschaffenheit und die spezifische Oberfläche keinen oder nur geringen Einfluß. Notwendig ist nur chemisch inertes Verhalten gegenüber der flüssigen Ferrosiliciummagnesium-Legierung. Aus wirtschaftlichen Gründen wird eine wäßrige Flüssigkeit bevorzugt.

Das erfindungsgemäße Ferrosiliciummagnesium-Behandlungsmittel, welches einen Siliciumanteil von 40 bis 80 % und einen Magnesiumanteil von 0,5 bis 15 % aufweist, wird zur Herstellung von Gußeisen mit Kugel- oder Vermiculargraphit vorzugsweise in einer Menge von 0,1 bis 4 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Eisenschmelze, eingesetzt. Die Behandlung kann nach den üblichen Verfahren wie z. B. Überschüttverfahren (Sandwichmethode) oder Inmold- Verfahren erfolgen, wobei beim Überschüttverfahren wegen der äußerst ruhigen und gleichförmigen Reaktion sogar auf eine Abdeckung der Ferrosiliciummagnesium- Granalien mit Stahlchips oder Eisenspänen verzichtet werden kann, ohne daß die Ausbeute an Magnesium durch Abbrandverluste wesentlich abfällt.

_ < _

Durch die gleichmäßige und stoßfreie Reaktion werden aber nicht nur hohe Magnesiumausbeuten erreicht, sondern zugleich Materialverluste durch Auswürfe verhindert.

Das Behandlungsmittel gemäß der Erfindung bewirkt eine höhere Tendenz zur Ferritisierung als vergleichbare magnesiumhaltige Mittel, wodurch die Zähigkeitswerte der Gußstücke entscheidend verbessert werden. Darüberhinaus weisen die Gußstücke weniger Schlacken- und Oberflächenfehler auf, so daß diese Qualität der Gußstücke ebenfalls angehoben wird.

Die nachfolgenden Beispiele erläutern die Erfindung näher.

Beispiel 1

Eine Ferrosiliciummagnesium-Legierung folgender Zusammensetzung

Si	46,1 %
Mg	5,5 %
Seltene Erden	0,78 %
Ca	0,7 %
Al	1,35 %
Rest Eisen	

wird im Induktionsofen erschmolzen und mit Hilfe einer Transportpfanne in einen Graphittiegel gegossen, der als Tundish fungiert und einen Auslaufquerschnitt von 20 mm aufweist.

Die geschmolzene Legierung mit einer Temperatur von 1450°C verläßt den Tundish in einer Durchflußmenge von 80 kg pro Minute und trifft in Form eines Gießstrahls auf eine Prallplatte aus Feuerfestmaterial, die sich 0,64 m unterhalb der Auslauföffnung befindet. Von dieser Prallplatte wird das flüssige Material in Form von kleinen Tröpfchen zurückgeschleudert und in einem mit Wasser gefüllten Behälter aufgefangen, der sich 4,5m unterhalb der Prallplatte befindet. Die in Granalienform anfallenden Teilchen weisen folgende Korngrößenverteilung auf:

2,0 mm 26,2 %
1,0 mm 34,0 %
0,5 mm 7,8 %
<0,5 mm 1,4 %

Ihre spezifische Oberfläche beträgt im Mittel $0.35 \text{ m}^2/\text{g}$.

Beispiel 2

Im Heißwindkupolofen werden 1500 kg Basiseisen erschmolzen und mit 2,5 Gew.-% Calciumcarbid entschwefelt. Anschließend wird die Eisenschmelze in einen Netzfrequenzinduktionsofen überführt, wobei sie nach einer Überhitzung auf 1530°C folgende Zusammensetzung aufweist:

C 3,77 %
Si 1,67 %
Mn 0,13 %
P 0,038 %
S 0,013 %
Rest Eisen

Diese Eisenschmelze wird im Überschüttverfahren mit Ferrosiliciummagnesium-Granalien der Körnung 0,5 bis 6mm der spezifischen Oberfläche 0,3 m²/g und folgender Zusammensetzung behandelt:

Si 47,6 % Mg 5,8 % Seltene Erden 0,7 % Ca 0,6 % Al 0,8 %

Rest Eisen

Zu diesem Zweck werden 26,25 kg des Behandlungsmittels in der Bodentasche der Behandlungspfanne vorgelegt, wobei auf eine Abdeckung der Granalien mit Stahlchips verzichtet wird. Das geschmolzene Eisen mit einer Temperatur von 1520°C wird so in die Pfanne gegossen, daß der Eisenstrahl nicht direkt auf die in der Bodentasche befindlichen Granalien trifft. Die Reaktion, welche nach 33 Sekunden kurz vor dem Füllen der Pfanne beendet ist, verläuft ruhig und gleichförmig sowie ohne die im Vergleich zu analogen Magnesiumbehandlungen auftretende starke Rauchentwicklung.

Die nach dem Abziehen der Schlacke vorgenommene Analyse weist folgende Werte auf:

C 3,55 %
Si 2,50 %
Mn 0,12 %
S 0,010 %
Mg 0,058 %

Die Magnesiumausbeute beträgt trotz des Verzichts auf eine Abdeckung 57 %.

Die nachgeschaltete Impfung mit 0,25 % mit FeSi 75 erfolgt als Pfannenimpfung beim Umgießen in die Gießpfannen.

Die metallographische Untersuchung der abgegossenen Gußteile mit einer Wanddicke zwischen 8 und 35 mm ergibt in allen Querschnitten eine Ausbildung von mindestens 90 % Kugelgraphit bei 80 bis 90 % Ferrit und 10 bis 20 % Perlit als Gefügebestandteile. Zementit wird in keiner der untersuchten Proben beobachtet. Darüberhinaus sind die Gußstücke frei von Reaktionsprodukten und Schlackeneinflüssen.

Zur Überprüfung der Ferritisierungsneigung der Schmelze werden Wanddickenproben mit Wanddicken von 2,5,5,7,5 und 10 mm abgegossen und metallographisch untersucht. Entsprechend der Wanddicke fällt der Ferritanteil von 70 % bis 10 mm Wanddicke auf 40 %, bei 2,5 mm Wanddicke. Alle Proben sind frei von Zementit.

An einer Y - 30 mm-Probe werden nach DIN 1693 Festigkeitswerte ermittelt:

Streckgrenze Rp 0,2 %	295 N/mm ²
Zugfestigkeit Rm	430 N/mm ²
Bruchdehnung A ₅	20 %
Brucheinschnürung Z	24 %
Brinellhärte 30/2,5	151 Einheiten

Beispiel 3

Zur Herstellung von Gußeisen mit Kugelgraphit nach dem Inmold-Verfahren wird das Basiseisen in einem Vergießofen mit Stopfenaustrag erschmolzen, wobei die Temperatur der Schmelze 1445°C beträgt und das Eisen folgende Zusammensetzung aufweist:

С	3,80	용
Si	2,15	용
Mn	0,21	용
P	0,031	용
S	0,005	용

Zum Abgießen eines Gußstückes von 29,8 kg Gießgewicht werden in eine zur Aufnahme der Ferrosiliciummagnesium-Granalien gestaltete Zwischenkammer mit einem Volumen von ca. 300 cm³ 209 g Granalien der Korngröße 1 bis 3,0 mm gefüllt, so daß die Kammer etwa halb gefüllt ist. Das Ferrosiliciummagnesium-Behandlungsmittel weist eine spezifische Oberfläche von 0,45 m²/g auf und setzt sich folgendermaßen zusammen:

Si	47,1 %
Mg	4,5 %
Ca	1,84 %
Al	1,2 %
Seltene Erden	1,0 %
Rest Eisen	

. . .

Der Abguß der Gießform erfolgt in 9 Sekunden, wobei die Reaktion während des Gießvorgangs sehr ruhig und gleichförmig verläuft und auch keine Nachreaktion nach dem Gießende beobachtet wird. Wie eine Zerlegung der Zwischenkammer zeigt, sind sämtliche Ferrosiliciummagnesium-Granalien von der die Zwischenkammer durchströmenden Schmelze aufgenommen worden.

Die Endanalyse der gegossenen Probe sieht folgendermaßen aus:

C 3,75 %
Si 2,49 %
Mn 0,21 %
P 0,032 %
S 0,005 %
Mg 0,028 %

Die an Proben aus dem Gußstück vorgenommenen metallographischen Untersuchungen an der maßgeblichen Wanddicke von 8 mm ergeben eine Ausbildung von Kugelgraphit von mehr als 95 % bei einem Ferritgehalt von 95 bis 100% und einem Restgehalt von Perlit von 0 bis 5 % als Gefügebestandteile. Durch gewaltsame Zerstörung des Gußstückes mit Hilfe einer Presse werden Bruchproben erhalten, deren Bruchflächen frei von Einschlüssen sind.

Beispiel 4

Zur Herstellung von Gußeisen mit Vermiculargraphit nach dem Sandwichverfahren werden im Mittelfrequenzofen 30kg Basiseisen aus reinem Stahlsatz erschmolzen, welches nach der Aufkohlung mit Graphit folgende Analyse aufweist:

C 3,46 %
Mn 0,35 %
P 0,025 %
Si 2,10 %
S 0,014 %

Zur Behandlung dieser Eisenschmelze wird 0,8 Gew.-% (240 g) Ferrosiliciummagnesium-Granalien in die Bodentasche eines Graphittiegels geschüttet und mit dem Basiseisen, welches eine Temperatur von 1500°C besitzt, übergossen. Das verwendete Behandlungsmittel weist eine spezifische Oberfläche von 0,3 m²/g auf und besitzt folgende Analyse:

Si 46,0 %
Mg 5,4 %
Ca 0,85 %
Al 0,8 %
Seltene Erden 2,7 %
Rest Eisen

Vor dem Vergießen der Schmelze zu einer U-Probe nach DIN 1693 wird die Schmelze mit 0,3 Gew.-% Ferrosilicium durch Einrühren geimpft bei einer Temperatur von 1405°C drei Minuten nach der Behandlung mit Ferrosiliciummagnesium-Granalien vergossen, wobei sich folgende Analysenwerte einstellen:

C 3,44 %
Mn 0,35 %
P 0,025 %
Si 2,64 %
S 0,012 %
Mg 0,019 %

Für die aus der U-Probe hergestellten Probestäbe lassen sich folgende Festigkeitswerte ermitteln:

Streckgrenze Rp 0,2 % 335 N/mm²

Zugfestigkeit Rm 405 N/mm²

Bruchdehnung A₅ 5,6 %

Brinellhärte 30/2,5 163/167

Die an Zerreißstababschnitten vorgenommene metallographische Untersuchung weist ca. 90 % Vermiculargraphit mit ca. 10 % Kugelgraphit auf mit überwiegend ferritischer Matrix sowie mit einem Restgehalt an Perlit von ca. 25%.

Patentansprüche

- 1. Behandlungsmittel für Gußeisenschmelzen auf Basis von Ferrosiliciummagnesium mit einem Siliciumgehalt von 40 bis 80 % und einem Magnesiumgehalt von 0,5 bis 15 %, dad urch gekennzeichnet, daß es in Form von Granalien mit einer spezifischen Oberfläche von 0,2 bis 0,8 m²/g nach BET vorliegt.
- 2. Mittel nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch eine Korngröße von 0,1 bis 20 mm.
- 3. Mittel nach den Ansprüchen 1 und 2, gekennzeichnet durch eine Korngröße von 1 bis 3 mm.
- 4. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 3,
 d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,
 daß es 2 bis 50 Gew.-% Fluoride von Erdalkalimetallen und/oder von Seltenen Erden, bezogen auf das
 Gewicht des Behandlungsmittels, enthält.
- 5. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 4,
 da durch gekennzeichnet,
 daß es 0,1 bis 5 Gew.-% Seltene Erden, bezogen auf
 das Gewicht des Behandlungsmittels, enthält.
- 6. Mittel nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Seltenen Erden zu 40 bis 100 %, vorzugsweise 40 bis 50 % aus Cer bestehen.
- 7. Mittel nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß es als Seltene Erden Lanthan enthält.

- 8. Verfahren zur Herstellung des Behandlungsmittels nach den Ansprüchen 1 bis 7, da durch gekennzeichen 1 bis 7, daß man einen Schmelzstrahl einer Ferrosiliciummagnesiumlegierung auf eine Prallplatte aus feuerfestem Material lenkt und die von der Prallplatte zurückgeschleuderten Schmelztropfen in einem flüssigkeitsgefüllten Auffangbehälter erstarren läßt.
- 9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Fallhöhe des Schmelzstrahls 0,1 bis 1,0 m beträgt.
- 10. Verfahren nach Anspruch 8, dad urch gekennzeich net, daß man die geschmolzene Ferrosiliciummagnesiumlegierung in einer Menge von 50 bis 500 kg pro Minute auf die Prallplatte auftreffen läßt.
- 12. Verwendung des Mittels nach den Ansprüchen 1 bis 7, in einer Menge von 0,1 bis 4 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Eisenschmelze, zur Herstellung von Gußeisen mit Kugel- oder Vermiculargraphit.



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

EP 84 10 7888

·····	EINSCHLÄG	IGE DOKUMENT	E			
ategorie	Kennzeichnung des Dokumen der maßg		Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int Cl. 3)		
Y	DE-A-2 022 570 * Patentansprüch			1	C 21 (C 22 (B 22)	C 1/10 C 33/08 F 1/00
Y	DE-B-1 758 663 KALKSTICKSTOFFWE * Insgesamt *			1		
Y	FR-A-2 254 650 * Ansprüche 8-14			1		
A,D	DE-A-1 800 447	 (TOKYO KAKIN)			
A,D	DE-A-2 157 395 (METALLGESELLSCH	 HAFT)		·		
						RCHIERTE ETE (Int. Cl. 3)
A,D	DE-B-1 024 315 (AKTIENGESELLSCHUNTERNEHMUNGEN ISTAHLINDUSTRIE)		ID		B 22 1 C 21 (C 22 (C
Des	r writenende Recherchenhericht wur	rdo für alle Detentanenrüch	o pratelit			
Je	r vorliegende Recherchenbericht wur Recherchenort DEN HAAG	Abschlußdatum de	1_	OBERN	Prüter VALLENEY	R.P.L.I
X: vo Y: vo ar A: te O: ni	ATEGORIE DER GENANNTEN D on besonderer Bedeutung allein l on besonderer Bedeutung in Verl nderen Veröffentlichung derselbe ichnologischer Hintergrund ichtschriftliche Offenbarung wischenliteratur er Erfindung zugrunde liegende 1	betrachtet bindung mit einer	nach dem D: in der An L: aus ande	n Anmeldeda meldung an rn Gründen	ent, das jedoch tum veröffenti geführtes Dok angeführtes D	icht worden ist ument okument