

Die gelösten Hemicellulosen bestanden im Endstadium der Kochung weitgehend aus Oligomeren. Durch Eichung der Gelsäule mit Polyäthylenglykolen unterschiedlichen Molekulargewichtes konnte festgestellt werden, daß die isolierten Hemicellulosen, deren DP nur zu Beginn der Kochung oberhalb der Trenngrenze des Gels lag, in den späteren Phasen der Kochung eine DP-Verteilung zwischen 65 und 3 für Hexosen und 75 und 3 für Pentosen aufwiesen. Die DP's fielen dann gegen Ende der Kochung auf Werte zwischen 25 bzw. 30 und 3 zurück.

Wie aus Tabelle 4 ersichtlich, war bei den analysierten Zellstoffen der Celluloseabbau sehr gering. Die Celluloseausbeuten lagen bei den verschiedenen Proben zwischen 90 und 95%. Bei den Hemicellulosen ist die Lösungsgeschwindigkeit des Glucomannans wesentlich größer als die des Xylans. Während in der Endphase der Kochung noch 30–40% des im Holz vorhandenen Glucomannans im Zellstoff vorhanden ist, liegt dieser Prozentsatz beim Xylan zwischen 50 und 55%.

#### Literatur

- Eisenbraun, E. W. 1963. The separation and fractionation of lignosulfonic acids from spent sulfite liquor with tri-n-hexylamine in organic solvents. TAPPI 46, 104–107.
- Pereira, H., R. Patt und M. Sinner. 1974. Über das Verhalten der Hemicellulosen beim Aufschluß von Fichte mit Magnesiumbisulfidlösung. Paperi ja Puu 56 (4a), 321–336.
- Patt, R. 1971. Isotopentechnische Untersuchungen über das Eindringen von Bisulfidlösungen in Fichte und Kiefer und dessen Bedeutung für den Zellstoffaufschluß. II. Teil: Über das Verhalten von Kationen und Anionen bei der Imprägnierung von Holz mit Bisulfidlösungen. Papier 25 (9), 513–518.
- Vethe, A., V. Lorås und F. Löschbrandt. 1960. Investigations on yield and properties of unbleached and bleached pulps prepared by newer sulfite cooking methods. Norsk Skogind. 14 (5), 167–168.
- Virkola, N. E., A. A. Alm, M. Mäkinen und R. Soila. 1960. The influence of bleaching on the properties of spruce pulps prepared by the Mg- and Na-bisulfite, sulphate and acid Ca-sulphite cooking methods. Paperi ja Puu 42, 665–676.
- Virkola, N. E., O. Jarvelä und V. Vartiainen. 1965. Comparison of various pulping methods utilizing pinewood as raw material. Paperi ja Puu 47, 575–583.

## Fraktionierungsversuche am Alkali-Extrakt aus Fichtenholocellulose

### Teil 2. Optimierung der ionenaustauschchromatographischen Trennung

Von Dietrich Fengel

Institut für Holzforschung der Universität München, Winzererstraße 45, 8 München 40

#### Schlüsselwörter (Sachgebiete)

Holocellulose  
Polyosen  
Lignin  
Lignin-Kohlenhydrat-  
Komplexe  
Ionenaustauschchromato-  
graphie  
Fichtenholz

Fraktionierungsversuche am Alkali-Extrakt aus Fichtenholocellulose.  
Teil 2. Optimierung der ionenaustauschchromatographischen Trennung

#### Zusammenfassung

Durch Variation der Gradientenkurve für das Elutionsmittel konnten weitgehend optimale Bedingungen für die scharfe Trennung von Fraktionen bei der Ionenaustauschchromatographie des Alkali-Extraktes aus Fichtenholocellulose geschaffen werden. In einigen Fraktionen wurden einzelne Polyosen (Galacto-Glucomannan, 4-O-Methylglucurono-Arabinosyl) bzw. Lignin verhältnismäßig rein abgetrennt. Die Analyse der Fraktionen ergab sowohl für Mannan als auch für Xylan zwei verschiedene Verhältnisse der entsprechenden Zuckerbausteine. Es fand sich wieder ein Hinweis dafür, daß Arabinose bei der Bildung von Lignin-Polysaccharid-Komplexen eine Rolle spielt.

#### Keywords

Holocellulose  
Polyoses  
Lignin  
Lignin-carbohydrate-  
complexes  
Ion exchange chromato-  
graphy  
Sprucewood

Fractionation Experiments with the Alkali Extract from Spruce Holocellulose.  
Part 2. Optimizing the Ion Exchange Chromatographic Fractionation

#### Summary

By variation of the gradient curve for the eluant nearly optimal conditions for a sharp separation of fractions during ion exchange chromatography of the alkali extract from spruce holocellulose could be reached. In some fractions single polyoses (galacto-glucomannan, 4-O-methylglucurono-arabinosyl) and lignin respectively were separated relatively pure. The analysis of the fractions resulted in two different relations of the sugar units as well for mannan as for xylan. An indication was found again that arabinose seems to be important for the formation of lignin-polysaccharide-complexes.

#### Einleitung

In Teil 1 dieser Arbeit (Fengel 1976a) wurde ein Literaturüberblick über die in der Holzchemie verwendeten Trennverfahren für Polysaccharide gegeben. Der daran anschließende Bericht über eigene Versuche, den Alkali-Extrakt aus Fichtenholocellulose mit Hilfe von Elektrophorese, Gelfiltration und Ionenaustauschchromatographie zu fraktionieren, zeigte, daß sich unter den gegebenen Bedingungen eine befriedigende Trennung nur am Ionenaustauscher erzielen

ließ. Durch Verwendung von Natronlauge als Elutionsmittel, deren Konzentration stufenweise von 0,1 n auf 1,0 n gesteigert wurde, konnten im Eluat 6 Fraktionen unterschiedlichen Anteils und unterschiedlicher Zusammensetzung erhalten werden.

#### Versuchsplan und Versuchsanlage

Im Rahmen unseres Forschungsprogramms sind die Fraktionierungsversuche am Alkali-Extrakt aus Fichtenholocellulose Teil eines Projekts, bei dem der