

# ARBEITSBERICHT

aus dem Institut für Holztechnologie und Holzbiologie

Nr. 2010/3

## Züchterische Veränderung der Spelzen von Sommerhafer (*Avena sativa*) sowie deren stoffliche Verwertung als nachwachsender Rohstoff

Teilvorhaben 3:  
Analyse der Gerüstsubstanzen und deren Extraktion

**Bodo Saake**



**Bundesministerium für Bildung und Forschung**  
gefördert vom



Bundesministerium für  
Ernährung, Landwirtschaft  
und Verbraucherschutz

durch die  
**Fachagentur für Nachwachsende Rohstoffe**

# **Züchterische Veränderung der Spelzen von Sommerhafer (*Avena sativa*) sowie deren stoffliche Verwertung als nachwachsender Rohstoff**

**Teilvorhaben 3:**  
Analyse der Gerüstsubstanzen und deren Extraktion;  
Forschungsbericht: 06NR068

durchgeführt vom  
**vTI-Institut für Holztechnologie und Holzbiologie**  
Projektbearbeiter: Prof. Dr. Bodo Saake, Dr. Jürgen Puls  
21031 Hamburg



**Weitere Partner des Verbundvorhabens:**  
Nordsaat Saatzucht GmbH, Granskevitz Rügen  
Peter Kölln KGaA, Elmshorn

**Hamburg, Dezember 2010**

## Berichtsblatt

1. ISBN oder ISSN	2. Berichtsart <b>Schlussbericht</b>
3a. Titel des Berichts <b>Verbundvorhaben: Züchterische Veränderung der Spelzen von Sommerhafer (<i>Avena sativa</i>) sowie deren stoffliche Verwertung als nachwachsender Rohstoff, Teilvorhaben 3: Analyse der Gerüstsubstanzen und deren Extraktion.</b>	
3b. Titel der Publikation	
4a. Autoren des Berichts (Name, Vorname(n)) Saake, Bodo; Puls Jürgen	5. Abschlußdatum des Vorhabens 30.09.2010
4b. Autoren der Publikation (Name, Vorname(n))	6. Veröffentlichungsdatum 01.01.2011
	7. Form der Publikation
	9. Ber.Nr. Durchführende Institution
8. Durchführende Institution(en) (Name, Adresse) <b>Johann Heinrich von Thünen-Institut Bundesforschungsinstitut für Ländliche Räume, Wald und Fischerei Bundesallee 50 38116 Braunschweig</b>	10. Förderkennzeichen *) <b>22006806 bzw. 06NR068</b>
	11a. Seitenzahl Bericht 29
	11b. Seitenzahl Publikation
	12. Literaturangaben 13
13. Fördernde Institution (Name, Adresse) <b>Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz (BMELV) 11055 Berlin</b>	14. Tabellen 3
	15. Abbildungen 9
	16. Zusätzliche Angaben
17. Vorgelegt bei (Titel, Ort, Datum) Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e. V. (FNR); Hofplatz 1; 18276 Gülzow; 23.12.2010	
18. Kurzfassung Haferspelzen fallen in großen Mengen als Nebenprodukt in den Hafermühlen an. Diese Spelzen enthalten große Anteil von Xylan (> 30 %), einem Polysaccharid, das als neuartiger Rohstoff in der chemischen Industrie, der Papierindustrie sowie in der Pharmaindustrie eingesetzt werden kann. Ein Verfahren zur Xylanisolierung wurde im Rahmen eines Vorgängerprojektes FNR: FK-22009700 entwickelt und zum Patent angemeldet. Im hier vorgestellten Projekt wurden die Grundlagen für die Etablierung eines technischen Prozesses zur stofflichen Nutzung von Haferspelzen weiter verbessert. Durch züchterische Veränderungen des Hafers wurden Linien erzeugt, die in den Spelzen einen verringertem Lignin- und einen erhöhten Xylananteil aufweisen. Der Vergleich der neuen Linien auf den verschiedenen Standorten über die Projektlaufzeit gibt Hinweis darauf, dass generell das Merkmal des Ligningehaltes eine geringere Variation zwischen den Standorten zeigte als das Merkmal des Arabinoxylangehaltes. Die verringerten Ligningehalte vereinfachen die Xylanisolierung und ermöglichen die Reduzierung der bei der Extraktion eingesetzten Chemikalien. Gleichzeitig weisen die extrahierten Xylane deutlich höherer Reinheitsgrade auf.	
19. Schlagwörter Haferspelzen, Lignin, Xylan, Extraktion	
20. Verlag	21. Preis

\*) Auf das Förderkennzeichen des BMVEL soll auch in der Veröffentlichung hingewiesen werden.

# Inhaltsverzeichnis

## I Kurze Darstellung

1. Aufgabenstellung	1
2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde	2
3. Planung und Ablauf des Vorhabens	2
4. Wissenschaftlicher Stand, an den angeknüpft wurde	3
5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen	4

## II Eingehende Darstellung der erzielten Ergebnisse

1. Analyse der Haferspelzen aus neuen Linien und Referenzsorten	4
1.1 Analyse der Haferspelzen aus den Feldversuchen des Jahres 2007	5
1.2 Analyse der Haferspelzen aus den Feldversuchen des Jahres 2008	9
1.3 Analyse der Haferspelzen aus den Feldversuchen des Jahres 2009	14
1.4 Varianz der Zuckeranalytik	19
2. Untersuchung der Inhaltsstoffe	20
3. Extraktion von Xylan aus ausgewählten Haferspelzen	21
3.1 Extraktion von Xylan aus Spelzen mit geringem Ligningehalt	21
3.2 Extraktion von Xylan aus Spelzen neuer Züchtungslinien mit geringem Ligningehalt	22
4. Zusammenfassung	25
4.1 Analyse der Spelzen	25
4.2 Extraktion der Xylane aus vorbehandelten Spelzen	26
4.3 Bewertung und Ausblick	26
5. Voraussichtlicher Nutzen der Ergebnisse im Sinne des Verwertungsplans	27
6. Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen	27
7. Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen	28
8. Literatur	28

## 1. Aufgabenstellung

Es war die Aufgabe dieses Vorhabens, durch anwendungsorientierte Forschungsarbeiten die wissenschaftlichen Grundlagen für die Etablierung eines technischen Prozesses zur stofflichen Nutzung von Haferspelzen zu legen. Dabei war am vTI vorrangig die Nutzung des in Anteilen von ca. 30% vorhandenen Xylans sowie der in Anteilen von ca. 30% vorhandenen Cellulose im Focus. Bei der Entwicklung zur nachhaltigen Nutzung von Haferspelzen soll im Rahmen dieses Projektes durch die Projektpartner auch die Prüfung von weiteren Anwendungsfeldern der Haferinhaltsstoffe im Gesundheitsbereich erfolgen.

Ein Verfahren zur chemischen Technologie der Xylanisolierung wurde im Rahmen des FNR-Projektes FK-22009700 entwickelt und zum Patent angemeldet (Puls und Saake 2004, Kahlke et al. 2006, Schröder et al. 2006). Der innovative Ansatz des hier vorgestellten Projektes besteht darin, dass die genannten Komponenten aus Haferspelzen mit optimierter stofflicher Zusammensetzung isoliert werden sollen, um so die ökologische und ökonomische Bilanz des Gesamtprozesses zu verbessern. Das Xylan soll als neuartiges und auf nachwachsenden Rohstoffen basierendes Papieradditiv Verwendung finden, während die verschiedenen Inhaltsstoffe im Wellness- und Gesundheitsbereich eingesetzt werden sollen. Aus züchterischer Sicht ist die Spelze des Haferkorns bisher als unerwünschter Begleitstoff behandelt worden, der in der Schälmaschine als Beiprodukt entsorgt werden muss und der bei der Verfütterung den Energiegehalt des bespelzten Hafers in starkem Maße absenkt. Daher zielten bisherige Anstrengungen von Pflanzenzüchtern immer darauf, den Spelzengehalt so niedrig wie möglich zu halten. Es gibt jedoch natürliche Grenzen für eine stetige Verringerung des Spelzenanteils im Haferkorn. Diese Tatsache sollte auch in Zukunft für eine ausreichende Bereitstellung des „Rohstoffes“ Haferspelzen sorgen. Für die Gewinnung von Xylan aus Haferspelzen ist aus technischer Sicht zunächst einmal ein möglichst hoher Spelzengehalt anzustreben.

Da die Verringerung des Ligningehaltes der Haferspelze zu einer deutlich verbesserten Xylanausbeute bei wesentlich geringerem Alkalieinsatz während der Extraktion führen kann, verdient dieses Merkmal bei der Beurteilung der Spelzenqualität besondere Beachtung. Die kanadische Sommerhafersorte AC Assiniboia zeichnet sich nach Literaturangaben und eigenen Untersuchungen weltweit als einzige verfügbare Genquelle durch einen etwa 50% niedrigeren Ligninanteil in der Spelze aus. Da sie jedoch unter mitteleuropäischen Bedingungen nicht anbauwürdig ist, muss ihre besondere Qualität durch Kreuzung und rekurrente Selektion in mitteleuropäisches Zuchtmaterial übertragen werden.

Es war deshalb das **primäre Ziel** dieses Vorhabens, durch herkömmliche züchterische Maßnahmen in Kombination mit modernen biotechnologischen Verfahren den Gehalt an Lignin in Haferspelzen soweit abzusenken, dass die genannten wertgebenden Komponenten selektiv, einfach und kostengünstig aus dem Zellwandverband herausgelöst werden können.

Die Aufgaben des vTI im Verbundprojekt bestanden darin:

- Die chemische Zusammensetzung der verschiedenen Züchtungslinien zu bestimmen, um den Züchtungserfolg bezüglich der Reduzierung des Ligningehaltes zu überprüfen.
- Die Basisdaten für die Etablierung einer einfacheren und schnellen NIR-Methode bei der Nordsaat zu legen.
- An ausgewählten Proben das Xylan zu isolieren und zu prüfen, ob die Reduzierung zu einer leichten Extrahierbarkeit des Xylans beiträgt.
- An ausgewählten Proben zu prüfen, ob die Menge, die Molmassen und die Substitutionsgrade der Xylane durch die Verringerung der Ligningehalte beeinflusst werden.

## **2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde**

Das Vorhaben basierte auf den Vorarbeiten zur chemischen Technologie der Xylanisolierung, die im Rahmen des FNR-Projektes FK-22009700 entwickelt und zum Patent angemeldet wurden (Puls und Saake 2004, Kahlke et al. 2006, Schröder et al. 2006). Für diesen Verwertungsansatz sollten durch die züchterischen Veränderungen bessere Voraussetzungen geschaffen werden. Das hier dargestellte Forschungsprojekt bot zudem Synergien zu dem BMBF Projekt 01RI05217-9 „Xylan, ein neuartiges Papieradditiv“, in dem der Einsatz der Xylane in der Papierindustrie technologisch weiter entwickelt wurde.

## **3. Planung und Ablauf des Vorhabens**

Für die Bearbeitung des Vorhabens war eine reibungsfreie Zusammenarbeit und enge Verzahnung zwischen den Projektbeteiligten Voraussetzung. Die Züchtungsversuche wurden durch die Firma Nordsaat Saatucht GmbH durchgeführt. Die Haferkörner aus diesen Züchtungsversuchen wurden dann durch die Firma Peter Kölln KGaA entspelzt. Die Erträge und die Qualität der Haferkörner

wurden von den beiden o.g. Projektpartnern evaluiert. Anhand dieser Daten wurde geprüft, ob die Entwicklung erfolgreich in Richtung einer anbaufähigen Sorte gesteuert wird. Die Inhaltstoffe des Hafers wurden von Unterauftragnehmern der Firma Peter Kölln KGaA untersucht (Dr. Rieks Healthcare GmbH & TU München Weihenstephan). Die Haferspelzen wurden von der Firma Nordsaat Saatzucht GmbH vermahlen und durch Nahinfrarotspektroskopie (NIR) untersucht. Dann wurden die Pulver an das vTI zur detaillierten chemischen Analyse durch Hydrolyse und Anionenaustauschchromatographie (AEC) übergeben. Ausgewählte Proben wurden durch die Firma Peter Kölln KGaA in einem größeren Ansatz entspelzt und dann nach der patentierten Methode für eine Extraktion vorbereitet. An diesen Proben wurden dann am vTI die Xylane extrahiert und auf ihre Eigenschaften untersucht.

#### **4. Wissenschaftlicher und technischer Stand, an den angeknüpft wurde**

Im vorhergehenden FNR-Projekt waren Spelzen von Hafer aus verschiedenen Anbaugebieten von der Kölln KGaA bereitgestellt und am vTI untersucht worden (Puls und Saake 2004). Es ergab sich, dass sowohl der Xylangehalt wie auch der Ligningehalt um bis zu 10% bez. auf den Rohstoff variieren können. Auch die Stärkegehalte der Proben zeigten erhebliche Unterschiede von 1% bis zu 10%. Die höchsten Xylananteile wurden für Haferspelzen australischer (30,1%) und finnischer (29,7%) Herkunft ermittelt. Die Ligningehalte der Proben variierten von 18,5% (Deutschland) bis zu 23,6% (Finnland).

Zusätzlich wurden vom Partner Peter Kölln eine Vielzahl weiterer Spelzenrückstände von 22 Hafersorten bereitgestellt, die im Jahre 2003 in Sortenversuchen der Firma Nordsaat Saatzucht GmbH, Granskevit/Rügen auf 3 definierten Standorten geprüft worden waren. Dabei fiel besonders die Sorte 524 auf, die einen sehr geringen Ligninanteil zwischen 8,8% und 13% (je nach Standort) in den Spelzenrückständen aufwies. Die Arabinoxylan-Anteile lagen um 30%. Damit schien die Sorte aussichtsreich zu sein, um mit möglichst wenig Alkali-Einsatz das enthaltene Xylan zu extrahieren. Gespräche mit der Nordsaat Saatzucht GmbH während der Laufzeit des Projektes FNR-22009700 ergaben jedoch, dass die Eigenschaften der Sorte diese nicht zu einem Anbau in Deutschland im wirtschaftlichen Rahmen prädestinieren, sondern dass AC Assiniboia nur eine Ausgangssorte für weitere züchterische Bemühungen sein kann. Nach Abschluss des Projektes FNR-22009700 konnte die Nordsaat Saatzucht GmbH aus der Ernte 2004 von drei Standorten im 1kg-Maßstab AC Assiniboia zur Verfügung stellen, die von den Köllnflockenwerken mechanisch für die Extraktion aufbereitet wurden. Am vTI wurde die Extraktion des Xylans im Vergleich zu Sorten mit höherem Ligninanteil durchgeführt. Dabei zeigt sich, dass die Extraktion bei niedrigem Ligningehalt mit 3% NaOH statt wie zuvor mit

5% NaOH durchgeführt werden konnte. Sowohl das von AC Assiniboia erhaltene Xylan als auch der Faserrückstand wiesen drastisch reduzierte Ligninanteile auf. Das AC Assiniboia-Xylan enthielt 2,3% Lignin statt 7% Lignin in den Xylanen der Sorten Lutz und Typhon. Neben dem verringerten NaOH-Einsatz bei der Extraktion dürfte auch der Aufwand bei der Bleiche des AC Assiniboia-Xylans im Vergleich mit den herkömmlichen Hafersorten günstiger ausfallen.

Die Ergebnisse der Anbauversuche zeigten jedoch, dass AC Assiniboia im Kornertag den führenden einheimischen Sorten um 20-30% unterlegen ist. Hinzu kommt die größere Wuchshöhe der Sorte, die mit einer überdurchschnittlich hohen Lageranfälligkeit verbunden ist. Die Reifeigenschaften, die Krankheitsresistenzen (mit Ausnahme von Mehltau) und die Kornqualität von AC Assiniboia können nach den Ergebnissen dieser Versuche als mittel bis gut bezeichnet werden. Damit ist AC Assiniboia jedoch nicht für einen großflächigen Anbau in Deutschland geeignet.

Der niedrige Ligningehalt in der Spelze von AC Assiniboia sollte daher durch Züchtungsversuche in neue Linien mit höherer Anbauwürdigkeit eingebracht werden.

## **5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen.**

Das Projekt war eng mit dem BMBF Projekt „Xylan, ein neuartiges Papieradditiv“ (FKZ 01RI05217-9) verbunden. In diesem Projekt waren neben der Firma Peter Kölln KGaA auch die Firmen DOW Wolff Cellulosics GmbH, Ahlstrom Osnabrück GmbH sowie die Deutsche Gesellschaft für Holzforschung beteiligt. Zusätzlich bestanden im European Polysaccharide Network of Excellence (EPNOE) Kooperationen zur Verwendung von Xylanen mit der Universität Maribor (Slovenien), der Universität Graz (Österreich) und dem Thüringischen Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung e.V. (TITK).

## **II. Eingehende Darstellung**

### **1. Analyse der Haferspелzen aus neuen Linien und Referenzsorten**

Zu Beginn des Projektes wurde mit verschiedenen Proben ein Abgleich der Probenaufarbeitung und Mahltechnik zwischen dem vTI und der Nordsaat vorgenommen. Darauf basierend wurden die Spelzen bei der Nordsaat durch Siebung von Feinanteilen befreit, dann gemahlen und zur Analyse an das vTI geschickt. Die Proben wurden hydrolysiert, der Hydrolyserückstand gravimetrisch bestimmt (Willfor et al. 2009) und die Kohlenhydratzusammensetzung durch AEC



ermittelt (Sinner et al. 1975; Sinner und Puls 1978, Willfor et al. 2009). Der Hydrolyserückstand wird durch das unter sauren Bedingungen kondensierte Lignin hervorgerufen und gilt als Maß für den Ligningehalt. Zusätzlich gibt es aber auch eine kleinere Ligninfraktion, die nicht kondensiert und in Lösung verbleibt. Dieses „säurelösliche Lignin“ wurde durch UV-Spektroskopie bestimmt (TAPPI UM 250). Bei Züchtungen kann sich neben den Mengenanteilen des Lignins auch die Struktur und damit das Verhältnis von säurelöslichem und säureunlöslichem Lignin verändern. Zumeist ist das säurelösliche Lignin dann höher, wenn Proben ein weniger vernetztes Lignin aufweisen, das dann in technischen Prozessen leichter entfernt werden kann. Im Nachfolgenden werden die Versuche für die drei Projektjahre dargestellt. Die Namen von Referenzsorten und Donorpflanzen werden dabei angegeben. Die neuen Linien sind kodiert. Die Vergabe dieser Nummern erfolgt jedes Jahr erneut, so dass ähnliche oder identische Nummern im Folgejahr nicht die gleiche Linie bezeichnen müssen. Diese Kodierung dient der Wahrung der Geheimhaltung für eine spätere Nutzung der Ergebnisse durch die Firma Nordsaat Saatzucht GmbH. Für die Beurteilung des Projekterfolges ist diese Anonymisierung aus unserer Sicht nicht hinderlich.

### **1.1 Analyse der Haferspelzen aus den Feldversuchen des Jahres 2007**

In Abbildung 1-1 bis 1-7 sind die Analysedaten für die sieben untersuchten Standorte als Balkendiagramm dargestellt. Dabei werden für jede Sorte zwei zusammengesetzte Balken gezeigt. Der erste Balken (Rückstand+säurelösliches Lignin) gibt den Ligningehalt an. Der zweite Balken (Xylose+Arabinose) den Arabinoxylangehalt der Spelzen. In jedem Balkendiagramm zeigen zwei durchgehende Linien an, welche Werte für Lignin und Arabinoxylan auf dem jeweiligen Standort für die Sorte AC Assiniboia erhalten wurde. Aus dieser Sorte soll ja das Merkmal der besonderen Spelzenqualität in neue Zuchtlinien übertragen werden.

Es zeigten sich auf allen Standorten deutliche Unterschiede zwischen den verschiedenen Proben (Abb. 1-1 - 1-7). Dabei war aber erwartungsgemäß auch die Variation zwischen den Standorten sehr groß. Besonders deutlich ist festzustellen, dass bei den neuen Zuchtlinien eine Gruppe von 5 Proben auf jedem Standort einen deutlich verringerten Ligningehalt aufweist. Zusätzlich ist der Anteil des säurelöslichen Lignins innerhalb dieser Probengruppe besonders hoch, so dass Voraussetzungen für die effektive Extraktion des Xylans besonders günstig sind.

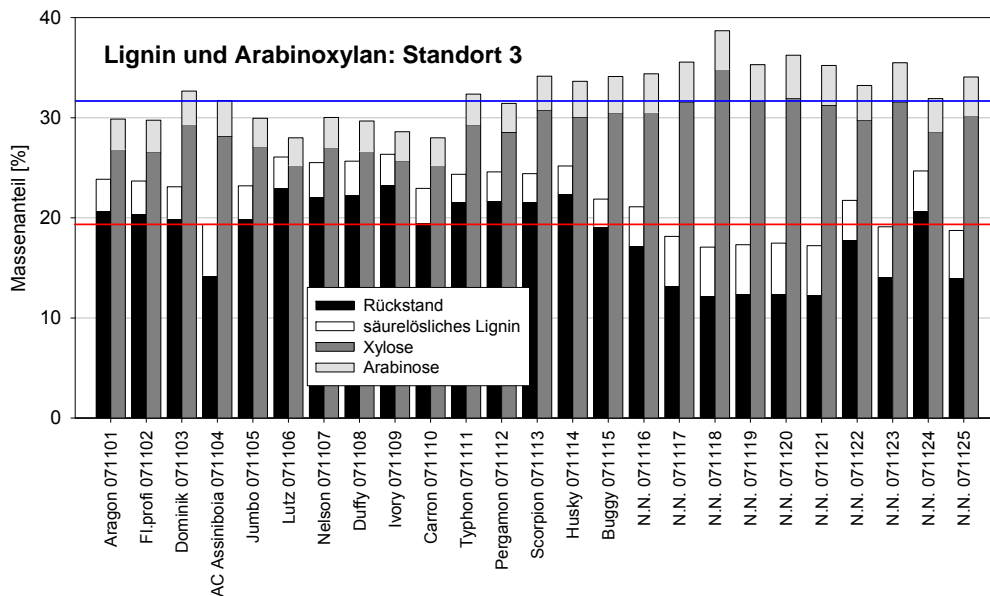
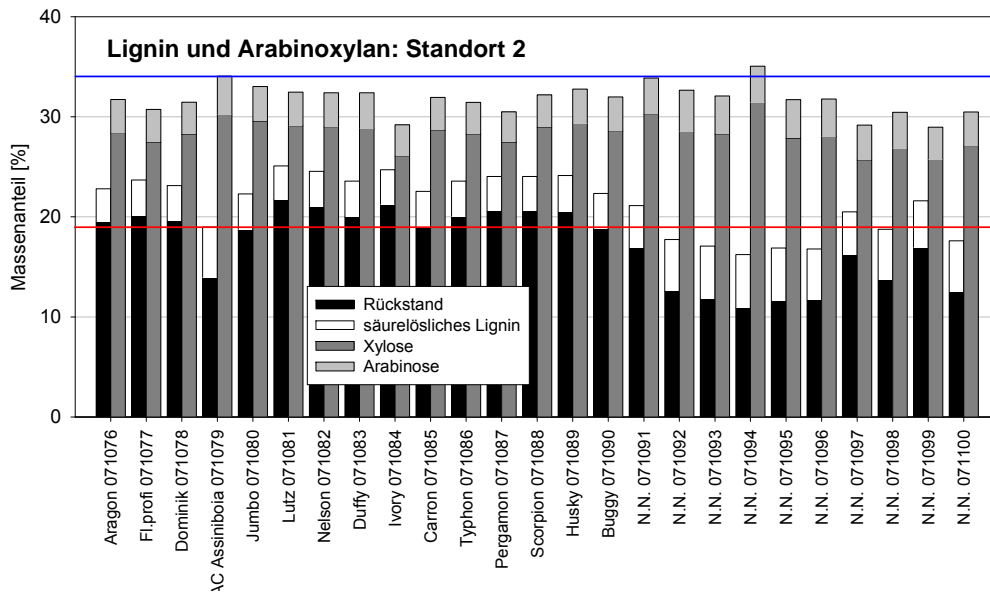
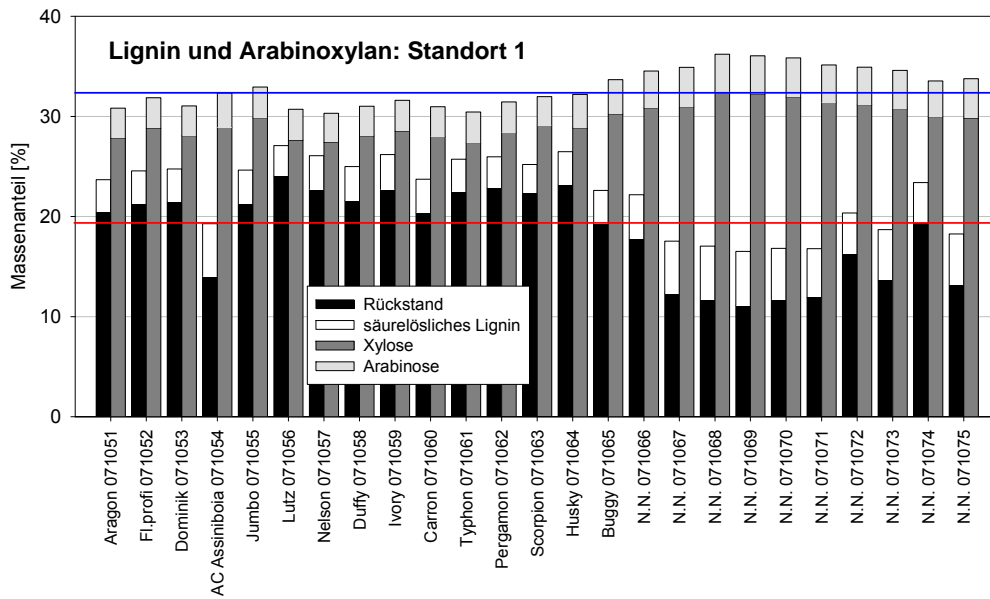


Abb. 1.-1 bis 1-3: Lignin und Arabinoxylangehalt der Haferspelzen aus den Feldversuchen des Jahres 2007 auf den Standorten 1-3

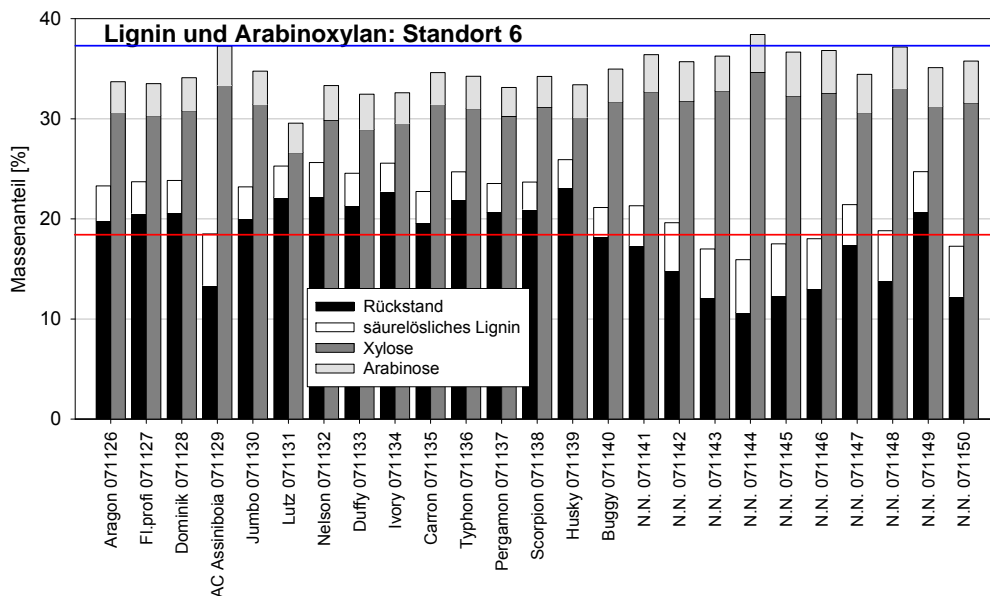
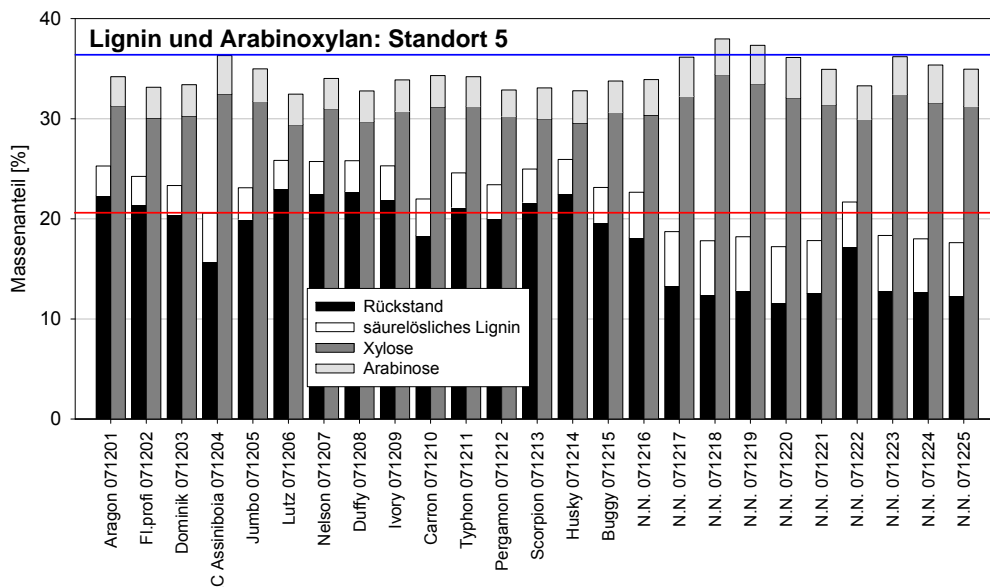
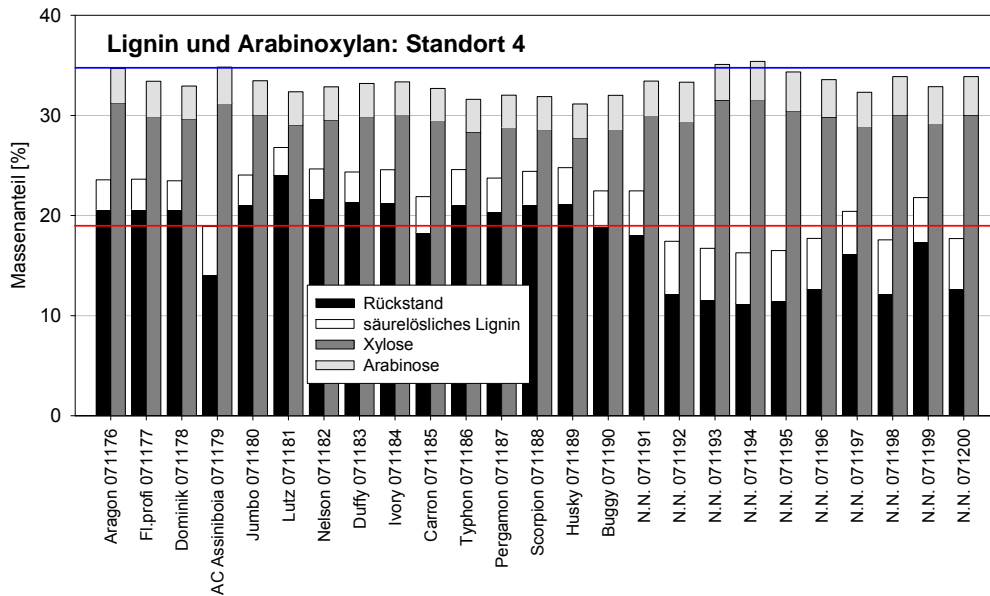


Abb. 1-4 bis 1-6: Lignin und Arabinoxylangehalt der Haferspелzen aus den Feldversuchen des Jahres 2007 auf den Standorten 4-6

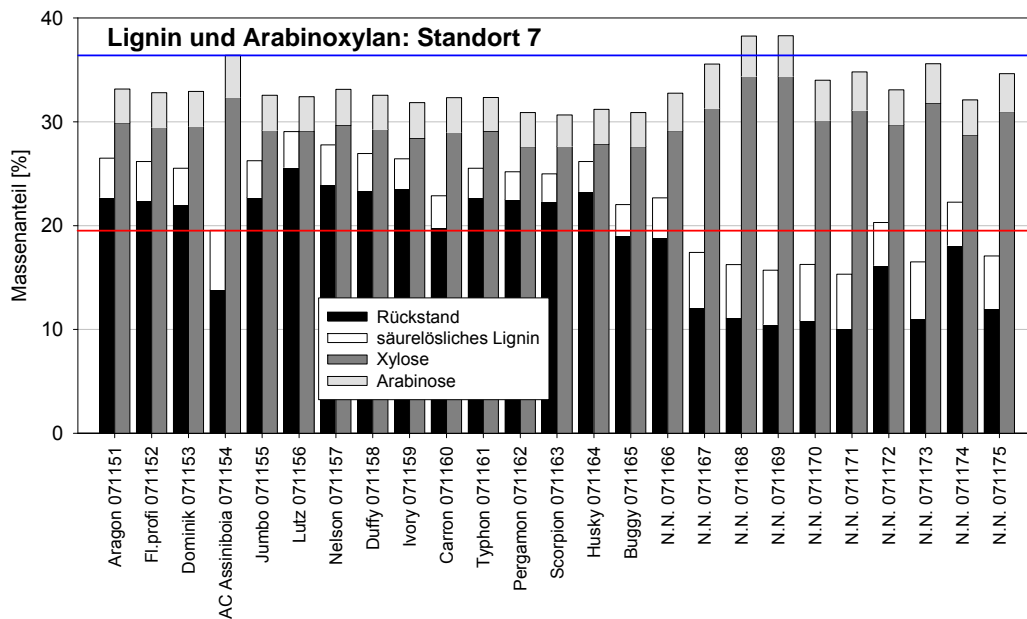


Abb. 1-7: Lignin und Arabinoxylangehalt der Haferspelzen aus den Feldversuchen des Jahres 2007 auf dem Standort 7

Ein weiterer Vergleich der Variation zwischen den Standorten ist in Abb. 2. dargestellt. In einem Liniendiagramm werden die Gehalte an Lignin (Abb. 2 oben) und Arabinoxylan (Abb. 2 unten) für alle Sorten und Standorte überlagert. Die y-Achse weist jeweils eine Spreizung von 15% auf, so dass die Linienverläufe direkt verglichen werden können. Dabei wird deutlich, dass für den Ligningehalt die Variation zwischen den Standorten erheblich geringer ist, als für den Arabinoxylangehalt.

Im Rahmen der Anbau- und Züchtungsversuche im Jahre 2007 wurden 175 Proben von 7 Standorten untersucht. Ein Standort ist im Jahr 2007 für die Beurteilung der Züchtungsversuche ausgefallen. Dabei zeigte sich, dass bei einigen neuen Züchtungslinien eine deutliche Reduzierung des Ligningehaltes und eine Erhöhung des Arabinoxylangehaltes erreicht werden konnte. Dieser Effekt war, insbesondere bezüglich des Ligningehaltes, auf allen Standorten zu verfolgen. Der Standortvergleich zeigt, dass unter den Bedingungen des Jahres 2007, das Merkmal des Ligningehaltes eine geringere Variation als das Merkmal des Arabinoxylangehaltes aufwies.

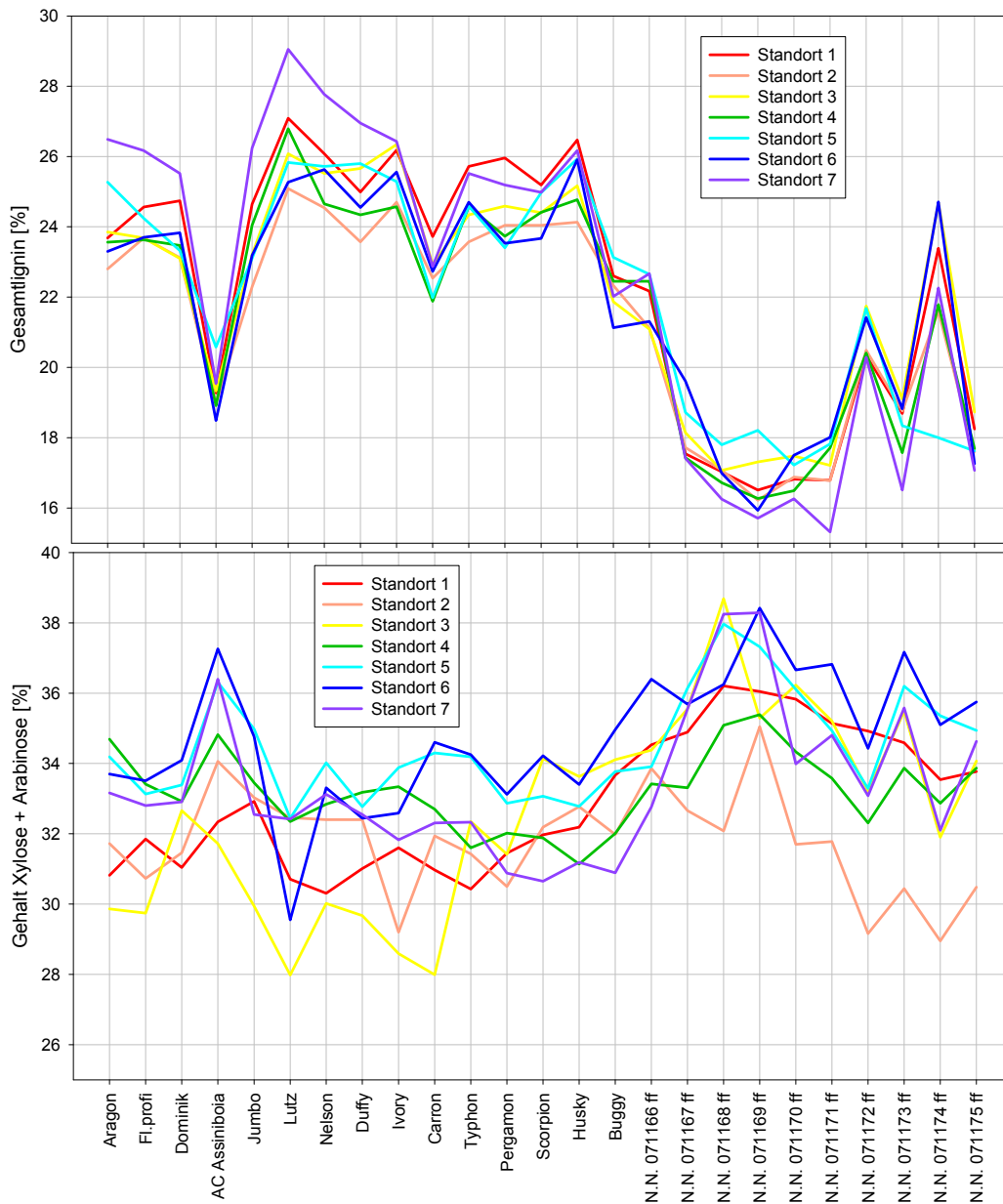


Abb. 2 Ligningehalt (oben) und Arabinoxylangehalt (unten) der verschiedenen Züchtungslinien auf den sieben untersuchten Standorten der Feldversuche 2007 (Bezeichnung der neuen Linien: Nr. Standort 1 ff).

## 1.2 Analyse der Haferspелzen aus den Feldversuchen des Jahres 2008

Die Haferspелzen der Proben aus den Feldversuchen des Jahres 2008 wurden analog zum Vorjahr analysiert und dargestellt. In Abbildung 3-1 bis 3-8 sind die Analysedaten für die acht untersuchten Standorte als Balkendiagramm dargestellt. Dabei werden erneut in einem Balken die Lignin- und in einem Balken die Arabinoxylangehalte dargestellt.

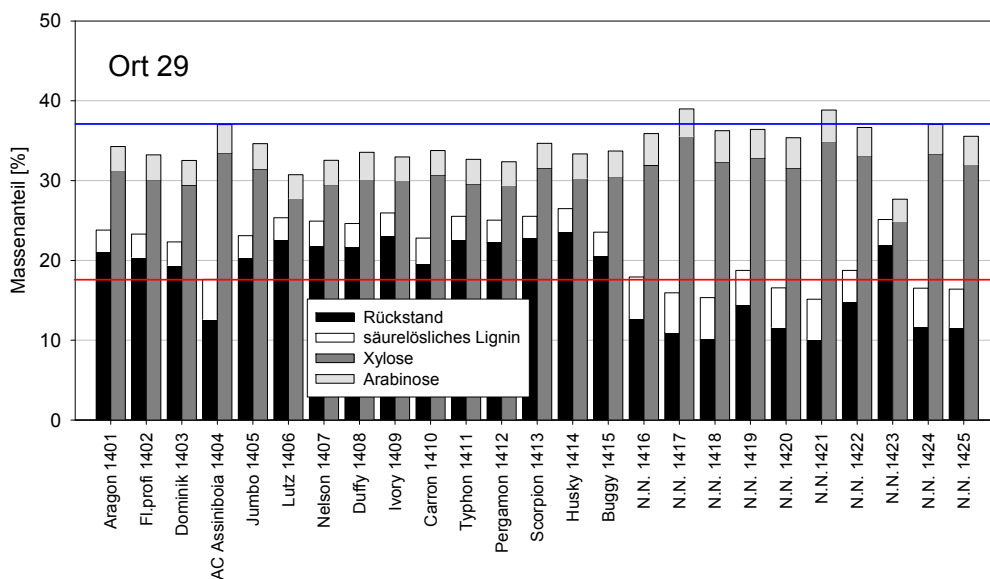
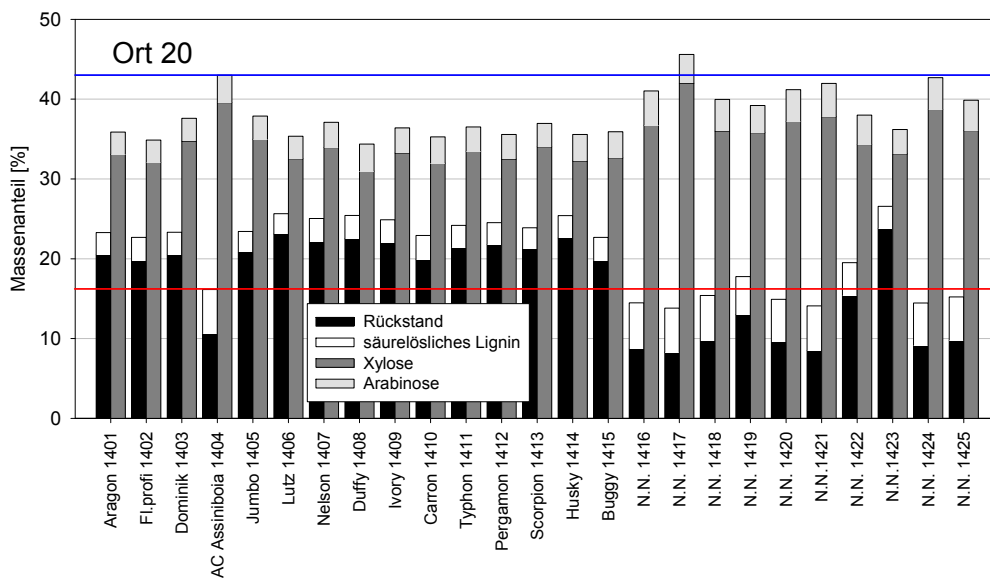
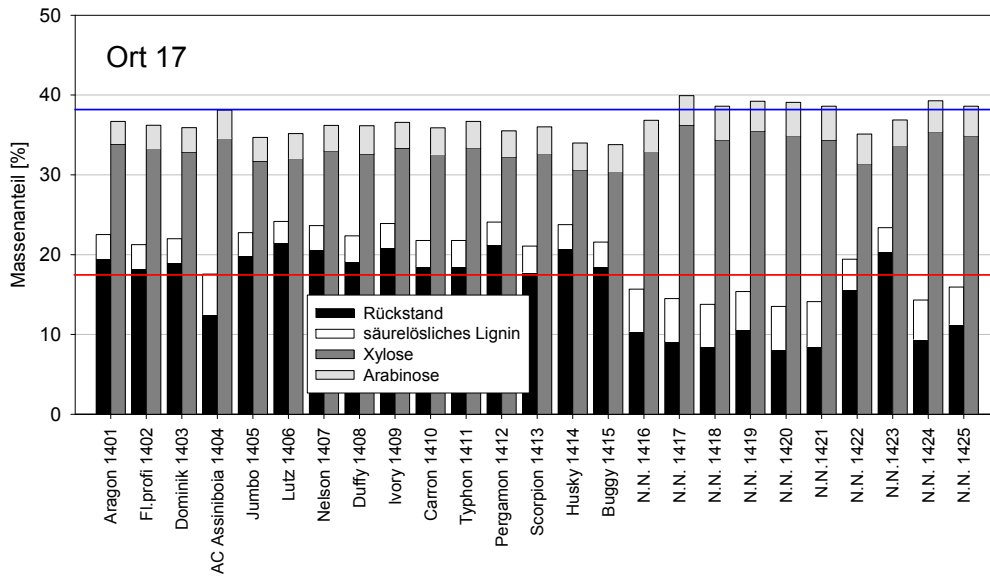


Abb. 3-1 bis 3-3: Lignin und Arabinoxylgehalt der Haferspелzen aus den Feldversuchen des Jahres 2008 auf den Standorten 17, 20, 29

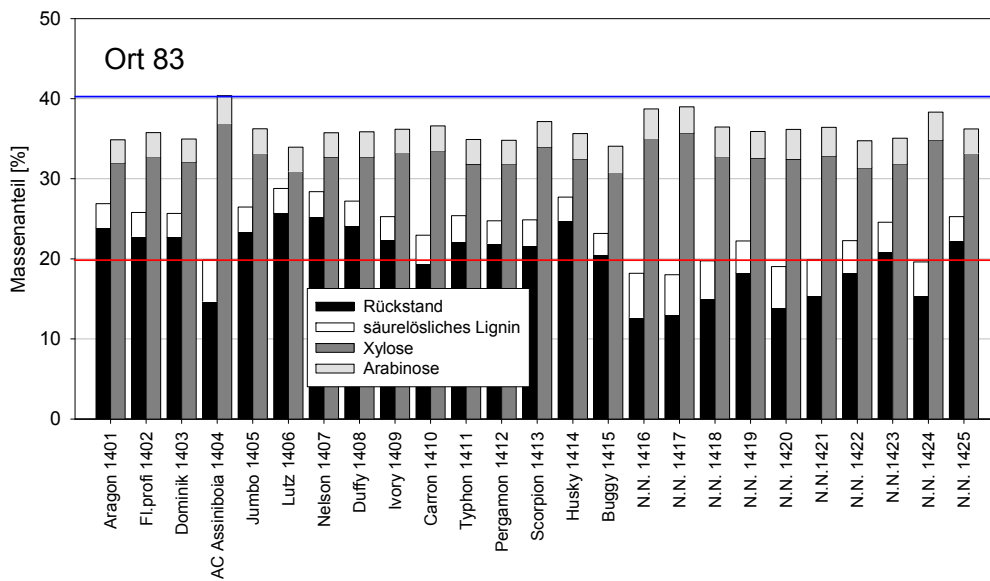
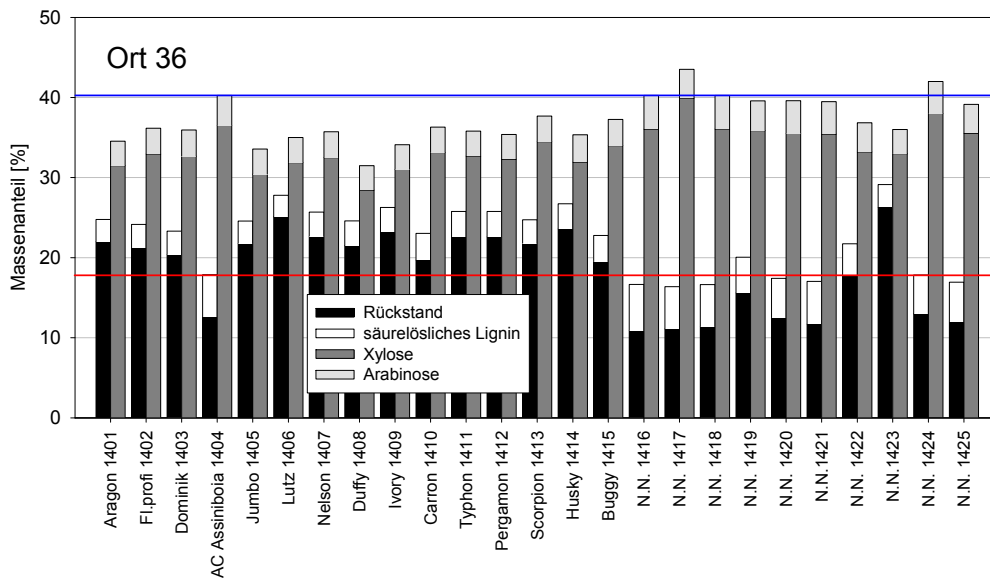
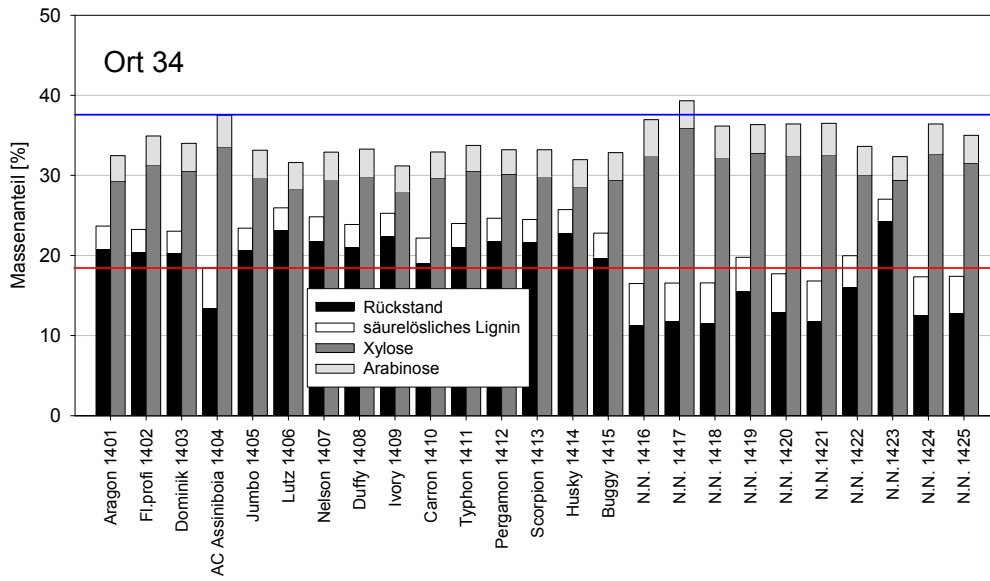


Abb. 3-4 bis 3-6: Lignin und Arabinoxylangehalt der Haferspелzen aus den Feldversuchen des Jahres 2008 auf den Standorten 34, 36, 83

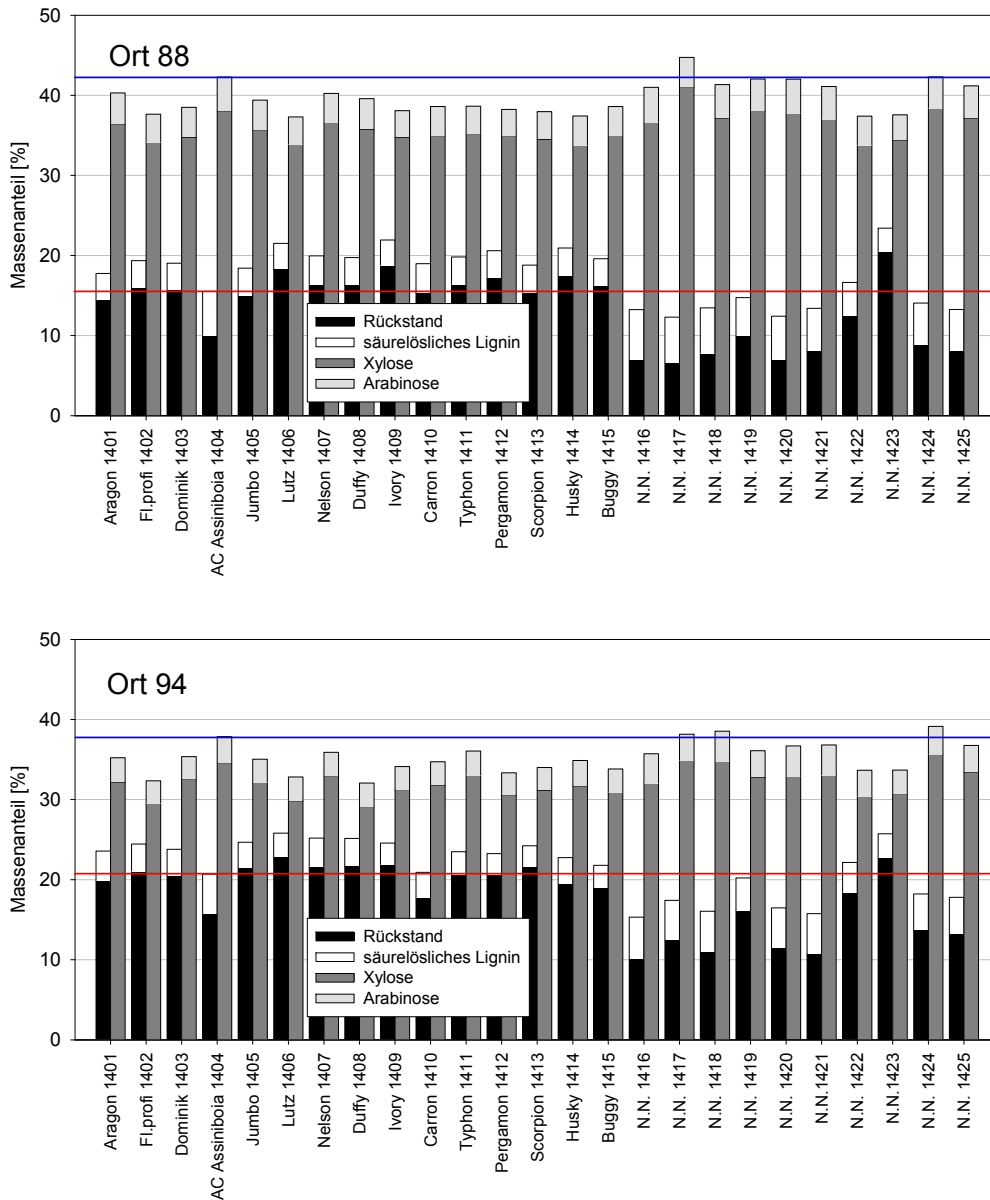


Abb. 3-7 bis 3-8: Lignin und Arabinoxylgehalt der Haferspelzen aus den Feldversuchen des Jahres 2008 auf den Standorten 88, 94

Die Lignin- und Arabinoxylgehalte der Donorsorte AC Assiniboia auf dem jeweiligen Standort sind durch farbige Linien hervorgehoben. Es zeigten sich, wie bereits in den Feldversuchen aus 2007, an allen Standorten deutliche Unterschiede zwischen den verschiedenen Proben (Abb. 3-1 bis 3-8).

Es wird aus den Abbildungen deutlich, dass die Linien 1417, 1418, 1420, 1424 auf allen Standorten einen besonders niedrigen Ligningehalt aufwiesen. Die Linien 1416, 1421, 1425 hatten jeweils nur einen Standort, an dem der Ligningehalt über



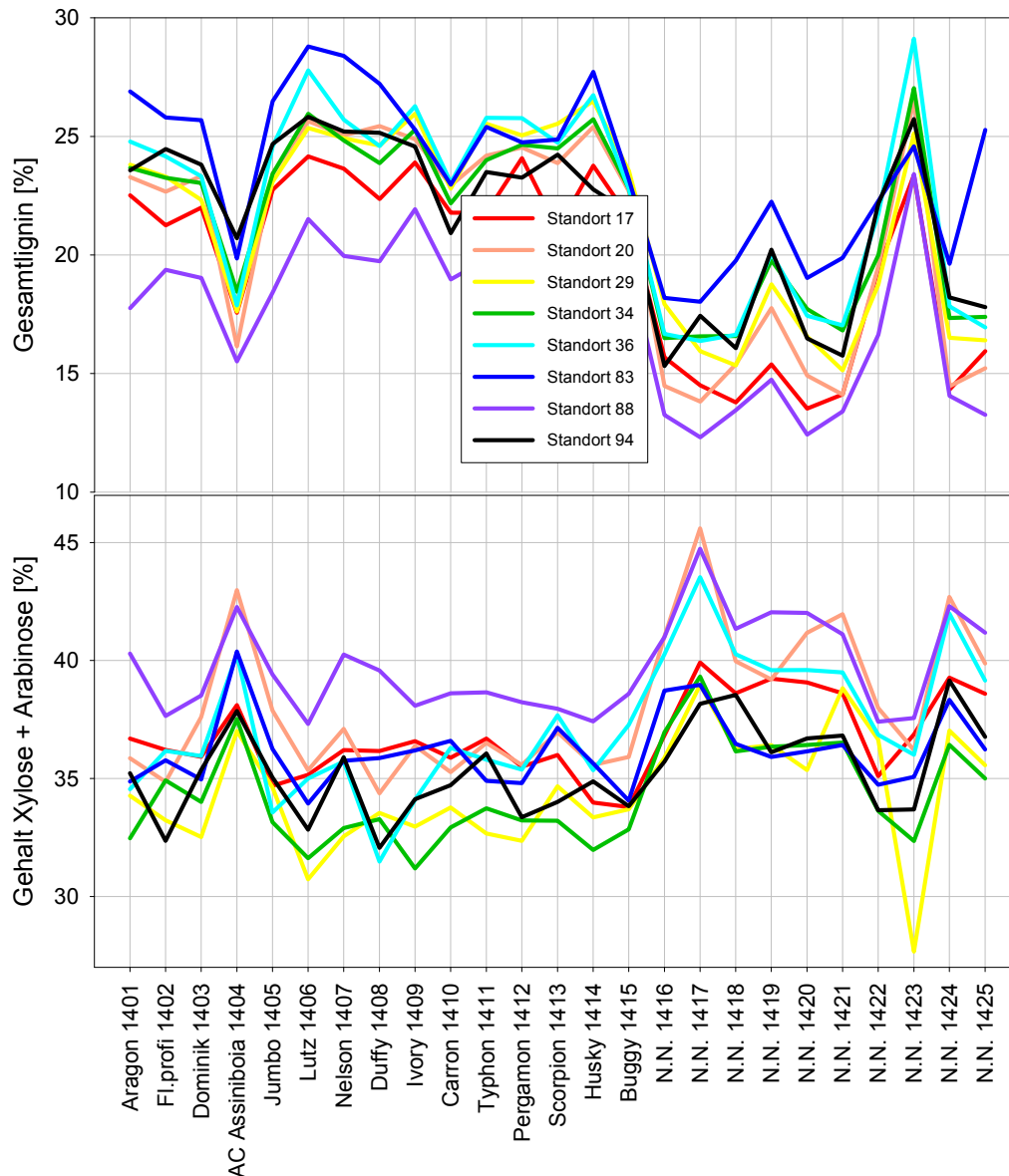


Abb. 4 Ligningehalt (oben) und Arabinoxylangehalt (unten) der verschiedenen Züchtungslinien auf den acht Standorten der Feldversuche 2008. (Bezeichnung der neuen Linien: Nr. Standort 1 ff)

AC Assiniboia lag. Die Linien 1422, 1423 wiesen dagegen immer und 1423 auf den meisten Standorten erhöhte Ligningehalte auf.

Eine Zusammenfassung der Ergebnisse für alle Standorte ist in Abb. 4. dargestellt. In einem Liniendiagramm werden die Gesamtgehalte an Lignin (Abb. 4 oben) und Arabinoxylan (Abb. 4 unten) für alle Sorten und Standorte überlagert. Die y-Achse weist jeweils eine Spreizung von 20 % auf, so dass die Linienvläufe direkt verglichen werden können. Hier ergeben sich einige Unterschiede zum letzten Berichtszeitraum. Bei den Proben aus 2007 war deutlich erkennbar, dass für den Ligningehalt die Variation zwischen den Standorten erheblich geringer war, als für den Arabinoxylangehalt. Diese Aussage lässt sich für das Jahr 2008 nicht in dem

Maße bestätigen. Sowohl für die Ligningehalte wie auch für die Arabinoxylangehalte sind stärkere Schwankungen festzustellen. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass im Jahr 2008 die klimatischen Bedingungen der einzelnen Standorte eine sehr große Variation gezeigt hatten. Insgesamt ist aber für viele neue Linien, trotz der Variation, das Züchtungsziel erreicht beziehungsweise weiter verbessert worden. Während 2007 die besten Ergebnisse bezüglich des Lignins bei ca. 16 % lagen, konnten 2008 in einigen Fällen Ligningehalte von unter 15 % erreicht werden. Während 2007 die höchsten Arabinoxylangehalte ca. 38 % betragen, konnten 2008 bis zu 45 % erzielt werden. Bezüglich der Relation von Lignin und Arabinoxylangehalt zeichnet sich die Linie 1417 besonders positiv aus.

### **1.3 Analyse der Haferspelzen aus den Feldversuchen des Jahres 2009**

Aus den Feldversuchen im Jahr 2009 wurden erneut 200 Proben von acht Standorten untersucht. Die Ergebnisse sind in den Abbildungen 5-1 bis 5-8 als Balkendiagramm dargestellt. In jedem Balkendiagramm sind wiederum die Lignin- und Arabinoxylangehalte aufgeführt und durch zwei Referenzlinien die Werte der Donorsorte AC Assiniboia hervorgehoben.

Während im Jahr 2008 der Vergleich zwischen den neuen Linien und der Donorsorte Assiniboia zwischen den Standorten große Abweichungen aufwies, ist das Bild für die Proben aus dem Jahr 2009 sehr klar: Auf allen Standorten ist der Ligningehalt der Linien 1417, 1418 und 1420 ähnlich oder niedriger als die Donorsorte. Die Linie 1416 erreicht dieses Ziel nur auf dem Standort 88. Alle anderen Linien weisen höhere Ligningehalte auf.

Diese Ergebnisse zeigen, dass das Merkmal des reduzierten Ligningehaltes stabil in den neuen Linien verankert ist und auch bei der weiteren Züchtung zur Ertragssteigerung erhalten bleibt. Zudem weisen die Ergebnisse darauf hin, dass dieses Merkmal unabhängig von Standort und Klima verankert ist.

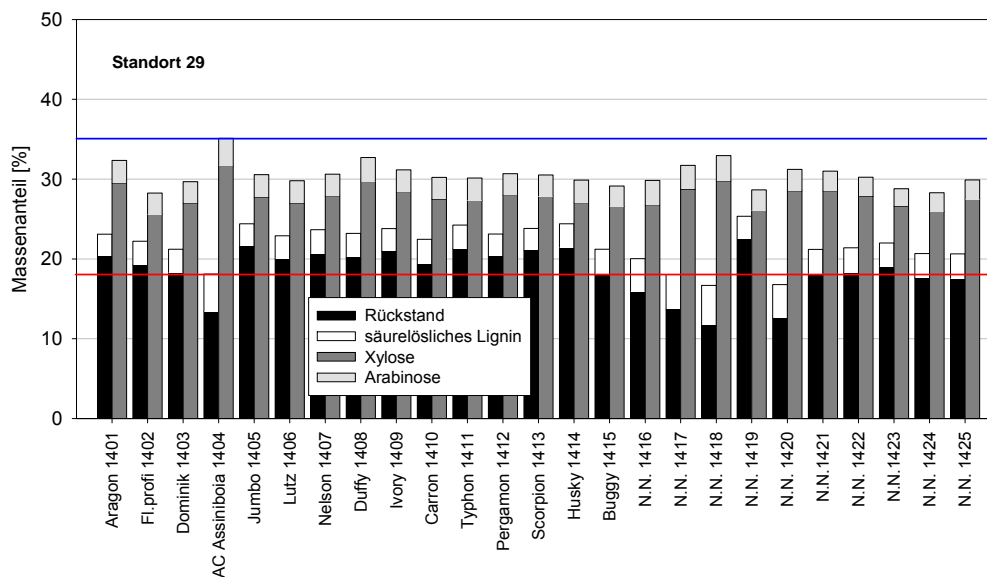
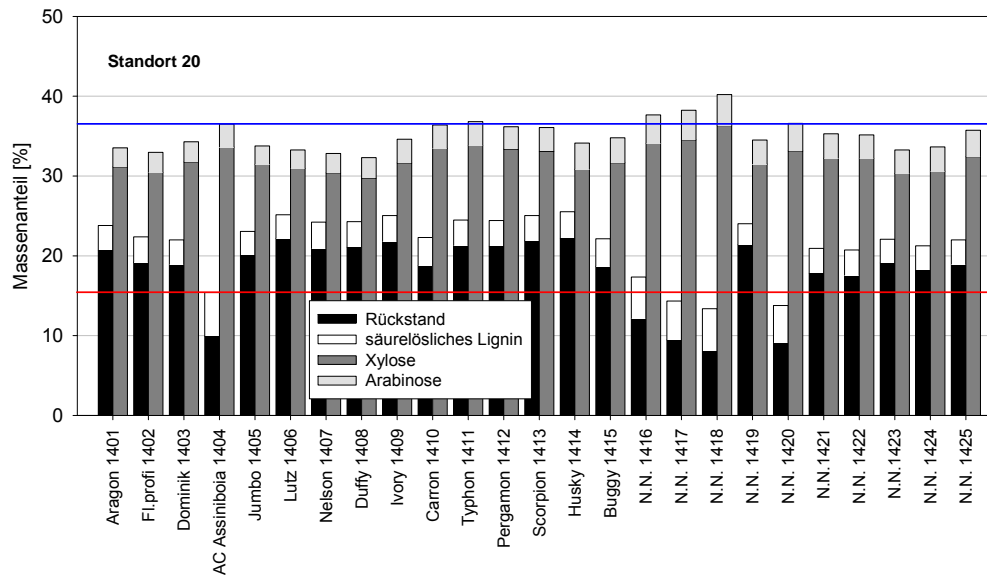
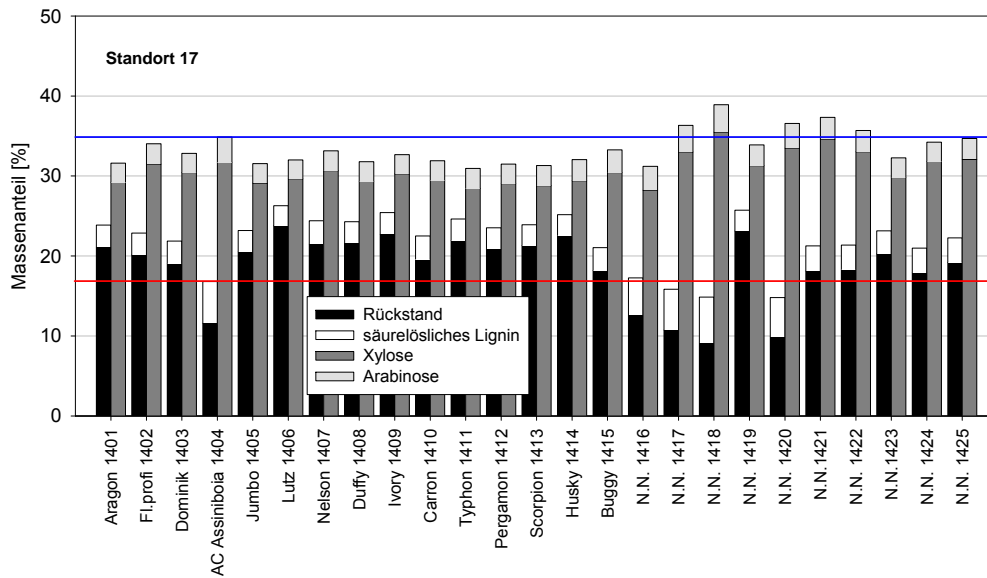


Abb. 5-1 bis 5-3: Lignin und Arabinoxylangehalt aus den Feldversuchen des Jahres 2009 auf den Standorten 17, 20 29

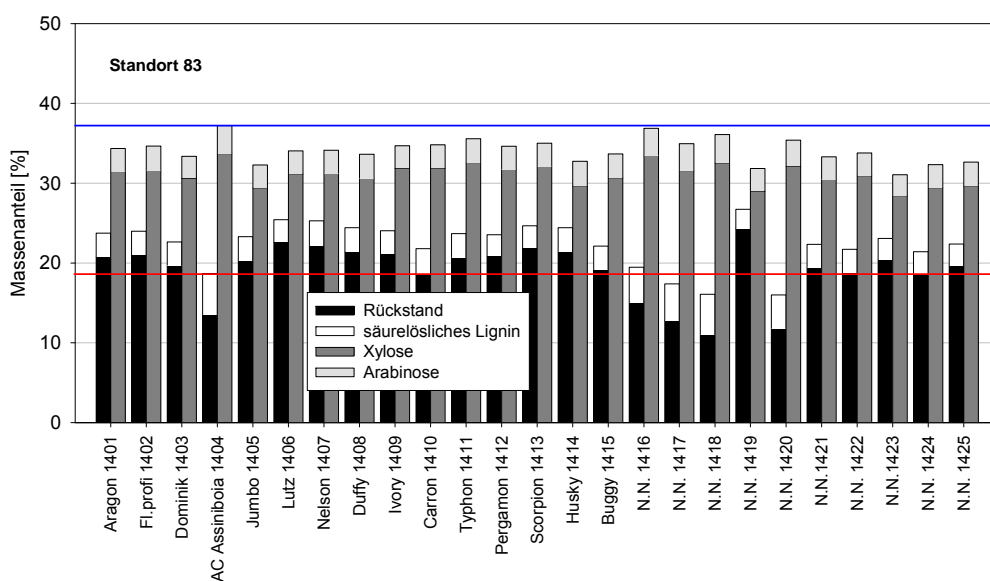
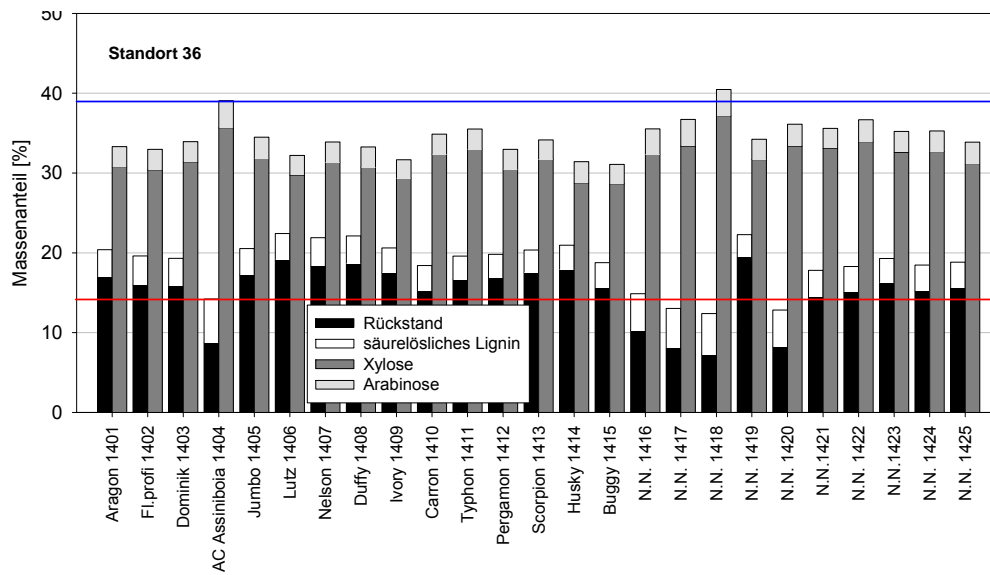
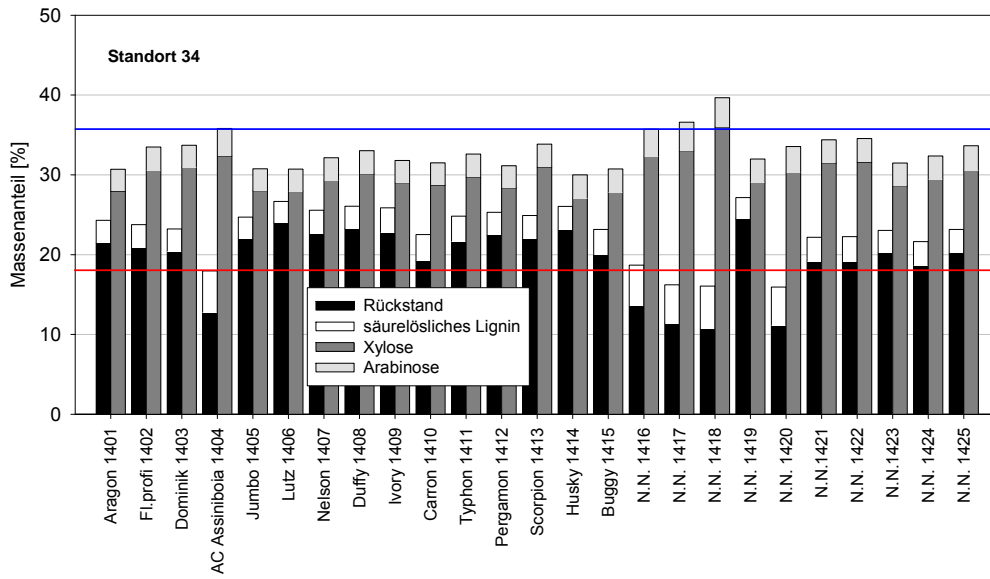


Abb. 5-4 bis 5-6: Lignin und Arabinoxylangehalt aus den Feldversuchen des Jahres 2009 auf den Standorten 34, 36, 83

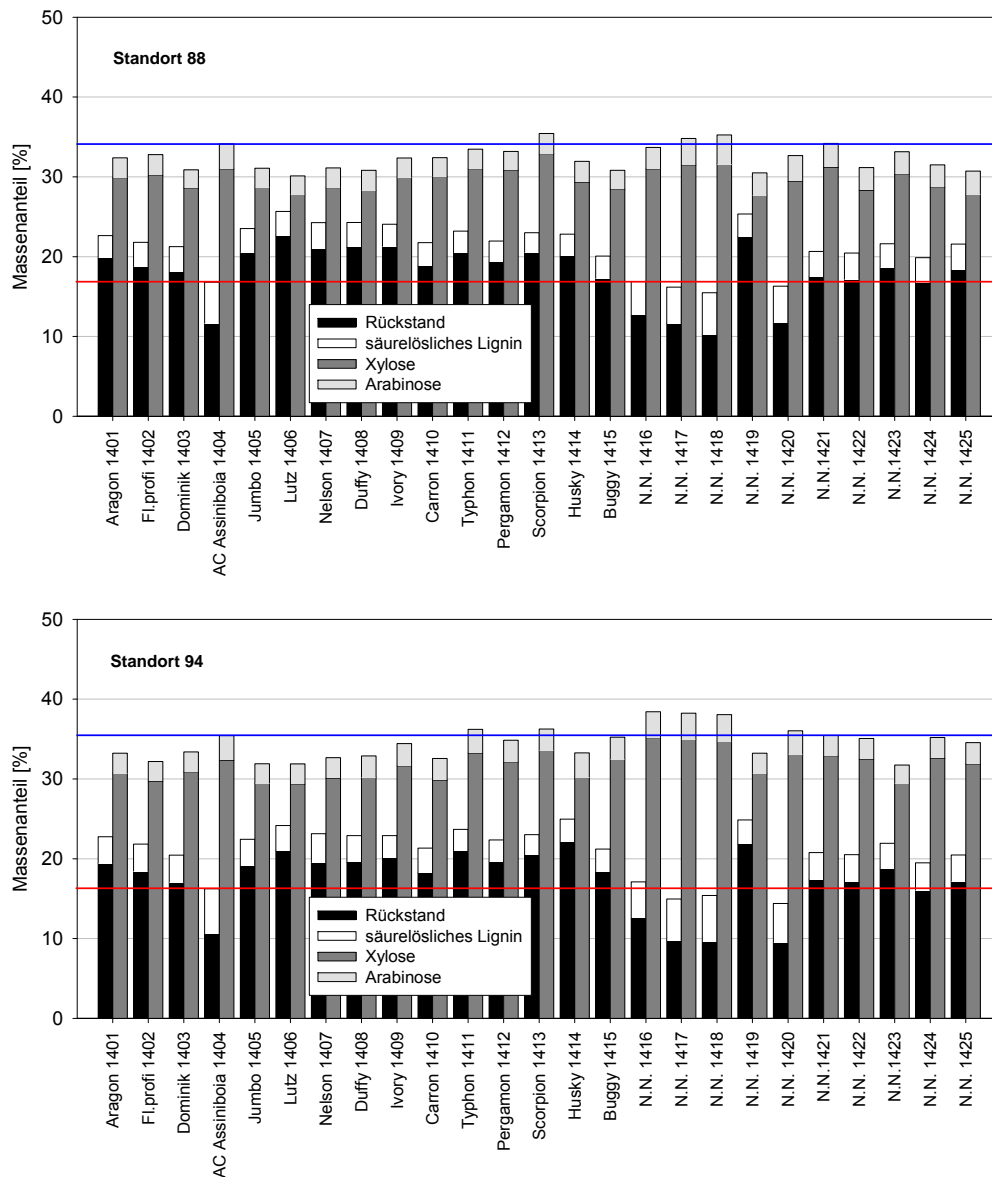


Abb. 5-7 bis 5-8: Lignin und Arabinoxylangehalt aus den Feldversuchen des Jahres 2009 auf den Standorten 88, 94

Eine Zusammenfassung der Ergebnisse für alle Standorte ist in Abb. 6. dargestellt. In einem Liniendiagramm werden die Gesamtgehalte an Lignin (Abb. 6 oben) und Arabinoxylan (Abb. 6 unten) für alle Sorten und Standorte überlagert. Die y-Achse weist für das Lignin, analog zu Abb. 4, eine Spreizung von 20 % auf. Für das Arabinoxylan wurde die Spreizung auf 14 % reduziert, da die Werte für dieses Jahr sehr homogen ausfallen und die Kurven sonst nicht ausreichend unterschieden werden können.

Hier ergeben sich interessante Erkenntnisse aus dem Vergleich mit den Vorjahren. Bei den Proben aus 2007 war deutlich erkennbar, dass für den Ligningehalt die

Variation zwischen den Standorten erheblich geringer war als für den Arabinoxylangehalt. Diese Aussage konnte für das Jahr 2008 nicht in dem Maße bestätigt werden. Im Jahr 2009 ist diese Aussage aber wieder gültig.

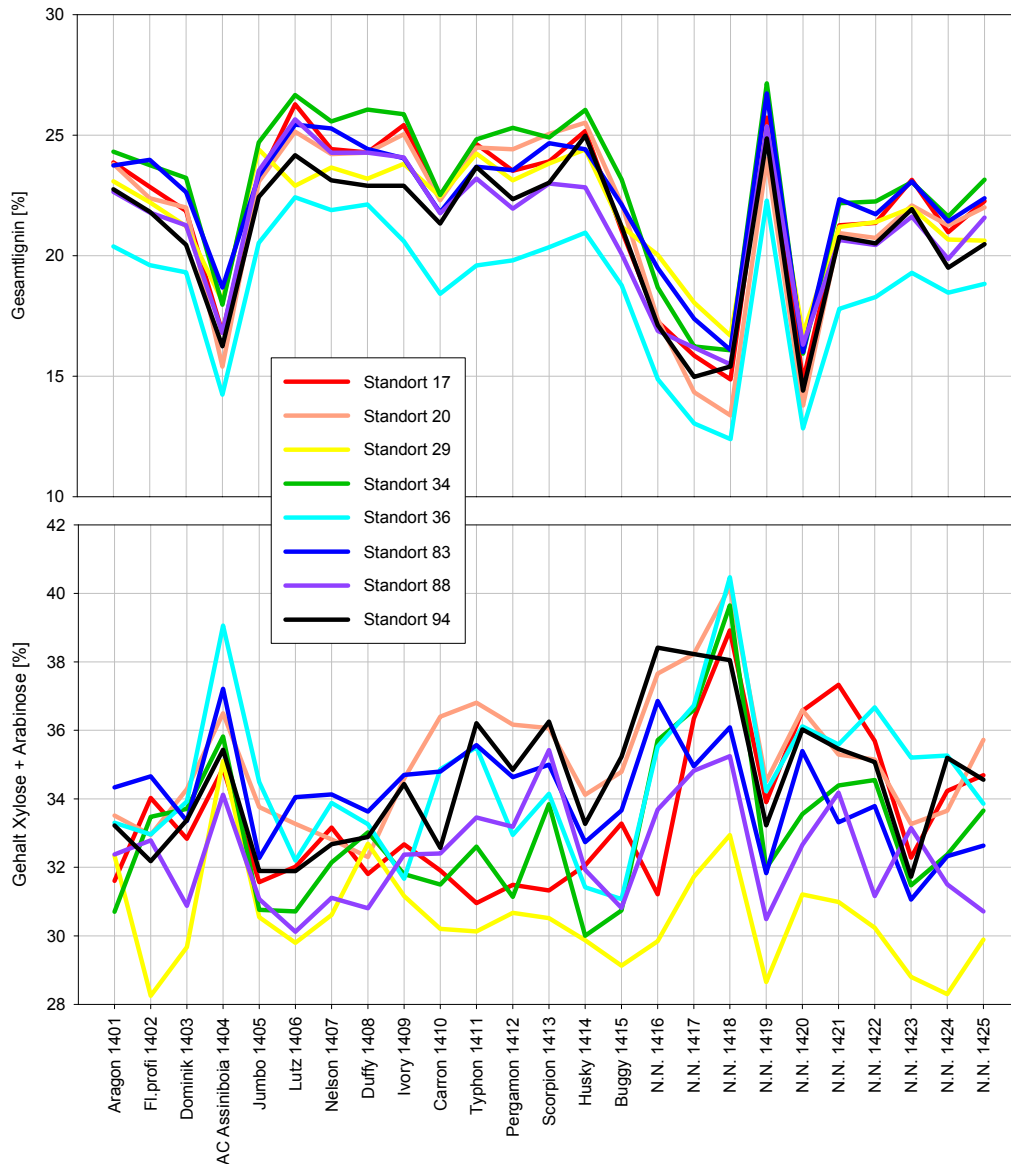


Abb. 6 Ligningehalt (oben) und Arabinoxylangehalt (unten) der verschiedenen Züchtungslinien auf den acht untersuchten Standorten aus den Feldversuchen von 2009

Insgesamt ist für viele neue Linien, trotz der Variation, das Züchtungsziel erreicht beziehungsweise weiter verbessert worden. Während 2007 die besten Ergebnisse bezüglich des Lignins bei ca. 16 % lagen, konnten 2008 in einigen Fällen Ligningehalte von unter 15 % erreicht werden. Diese niedrigen Ligningehalte sind auch in 2009 erreicht worden. Während 2007 die höchsten Arabinoxylangehalte ca. 38 % betragen, konnten 2008 bis zu 45 % erzielt werden. Hier sind im Jahr 2009

erneut niedrigere Arabinoxylangehalte auf dem Niveau von 2007 festzustellen. Dies lässt sich wahrscheinlich auf die besonderen klimatischen Bedingungen im Jahr 2008 zurückführen.

Bezüglich der Relation von Lignin und Arabinoxylangehalt zeichnet sich im Jahr 2009 die Linie 1418 als besonders günstig aus.

#### 1.4 Varianz der Zuckeranalytik

Bedingt durch die hohe Probenzahl können für die Proben als Standardbestimmung zumeist nur Doppelbestimmungen durchgeführt werden. Bei einigen Proben mit höheren Abweichungen in der Doppelbestimmung wurden zusätzliche Analysen durchgeführt. Aus den Daten kann die Varianz der Methode aus den Varianzen der einzelnen Proben, der Gesamtzahl der Analysen, und der Zahl der untersuchten Haferspелzenproben ( $m$ ) wie folgt berechnet werden:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_j} (x_{ji} - \bar{x}_j)^2}{n - m}}$$

Die Standardabweichungen  $s$  der Zuckeranalyse an den Proben der Jahre 2007, 2008 und 2009 sind in Tab. 1 aufgeführt. Die Abweichung der Zuckeranalyse gibt die Varianz des gesamten Analysenganges von der Hydrolyse bis zur Chromatographie an. Es ist deutlich, dass im Laufe des Projektes ein leichter Anstieg der Varianz für die wichtigsten Monosaccharide Xylose und Glucose festzustellen ist. Dies ist darauf zurückzuführen, dass zu Beginn des Projektes eine neue Chromatographieanlage installiert wurde. Die Genauigkeit des Probengebers hat dabei kontinuierlich etwas nachgelassen. Diese Abnutzung konnte auch durch vermehrten Wartungsaufwand und Austausch der Injektionsventile nicht kompensiert werden. Die Veränderung der Varianz ist aber bzgl. auf den Ausgangsrohstoff gering und für die Beurteilung der Proben nicht relevant. Als größte Fehlerquelle können nach wie vor mögliche Inhomogenitäten im Probenmaterial und Rückstände der Haferkerne, die aus dem Entspelzungsprozess stammen, betrachtet werden.

Tab. 1: Probenumfang (m und n) sowie Standardabweichungen (s) der Kohlenhydratanalysen aus den Feldversuchen der Jahre 2007, 2008 und 2009.

	Rhamnose	Arabinose	Galactose	Mannose	Xylose	Glucose
<b><i>Analysen der Proben aus 2007</i></b>						
m	174	175	175	150	175	175
Σ n	336	340	350	300	350	350
S (% bzg. Rohstoff)	<b>0,03</b>	<b>0,13</b>	<b>0,07</b>	<b>0,04</b>	<b>0,88</b>	<b>0,53</b>
<b><i>Analysen der Proben aus 2008</i></b>						
m	200	200	200	200	200	200
Σ n	395	397	407	407	407	407
S (% bzg. Rohstoff)	<b>0,01</b>	<b>0,09</b>	<b>0,12</b>	<b>0,02</b>	<b>0,98</b>	<b>0,56</b>
<b><i>Analysen der Proben aus 2009</i></b>						
m	200	200	200	200	200	200
Σ n	400	400	400	400	400	400
S (% bzg. Rohstoff)	<b>0,01</b>	<b>0,07</b>	<b>0,03</b>	<b>0,01</b>	<b>1,05</b>	<b>0,61</b>

## 2. Untersuchung der Inhaltsstoffe

Im Projektantrag war vorgesehen, dass Inhaltsstoffe des Hafers und der Haferspелzen untersucht werden sollten. Dies sollte durch einen Unterauftragnehmer der Firma Peter Kölln KGaA, die Dr. Rieks Healthcare GmbH durchgeführt werden. Nach Identifizierung geeigneter Substanzen sollten Methoden durch die Firma Dr. Rieks Healthcare GmbH entwickelt und für Routineuntersuchungen an das vTI übermittelt werden. Am vTI sollten dann ggf. analoge Untersuchungen an neuen Linien durchgeführt werden (4 Monate laut Arbeitsplan). Die Firma Rieks hat in der Anfangsphase des Projektes plangemäß die Untersuchungen der Inhaltsstoffe durchgeführt. Da die Firma aber in den Konkurs geriet, war eine Übertragung bestehender Methoden an das vTI nicht möglich. Die Firma Peter Kölln KGaA hat dann die TU München Weihenstephan für diese Aufgabe gewonnen. Die Untersuchungen der Inhaltsstoffe sind dann auf das Gebiet der Vitamine ausgedehnt worden. Da das vTI auf diesem Gebiet keine Kompetenz aufweist, wurden diese Untersuchungen am vTI nicht weiter verfolgt.



### 3. Extraktion von Xylan aus ausgewählten Haferspelzen

Im Laufe des Projektes wurden zwei Probensätze ausgewählt und durch die Firma Peter Kölln KGaA für die Extraktion vorbereitet. Alle Proben wurden dann am vTI mit 3%igen NaOH-Lösungen extrahiert und die Xylane durch Fällung gewonnen.

#### 3.1 Extraktion von Xylan aus Spelzen mit geringem Ligningehalt

Zu Beginn des Projektes konnte noch nicht auf die neuen Zuchtlinien zurückgegriffen werden. Daher wurden am vTI-HTB zuerst verschiedene Linien und Referenzen aus dem vorhergehenden Jahr untersucht. Ziel war es, zu bestätigen, dass Proben mit niedrigem Ligningehalt auch bei geringem NaOH-Einsatz (3%) eine höhere Extraktionsausbeute ermöglichen. Zusätzlich sollte geprüft werden, ob die Xylane sich in den Eigenschaften stark unterscheiden. Als Referenz wurde die Sorte Ivory mit einem Hydrolyserückstand (~ Ligningehalt) von 20% gewählt.

Tab. 2 Charakterisierung der Haferspelzen, die für die Xylanextraktion im Jahr 2007 eingesetzt wurden

Probe	Hydrolyse- rückstand [%]	$\Sigma$ Zucker absolut [%]	Xylose absolut [%]	Arabinose absolut [%]	Glucose absolut [%]	$\Sigma$ Xylose + Arabinose [%]
Ivory-W	20,0	67,0	28,5	3,1	33,9	31,6
Nord 06/6226-W	9,3	76,0	31,1	3,9	39,4	35,0
Nord 06/6284-W	8,7	75,7	34,9	3,7	35,7	38,6
Nord 06/6287-W	8,7	75,8	33,2	3,8	37,2	37,0
Nord 06/6571-W	9,3	75,2	30,1	3,9	39,4	34,0
Nord 06/6760-W	9,1	71,9	30,5	3,5	36,2	34,0

In Tab. 2 wird deutlich, dass die ausgewählten Sorten mit 8,7 – 9,3% deutlich verringerte Ligningehalte aufweisen. Die Arabinoxylangehalte sind dabei mit 34-38,6% deutlich gegenüber der Referenz (Ivory 31,6%) erhöht. Alle Proben wurden nun von der Firma Peter Kölln KGaA nach dem im Vorgängerprojekt entwickelten Verfahren vorbehandelt und anschließend am vTI-HTB mit 3% NaOH extrahiert. Die Extraktionsausbeuten und die Charakteristika der Xylane sind in Tab. 3 aufgeführt.

Bei der Ausbeute bestätigte sich, dass durch den geringeren Ligningehalt der Spelzen bei allen Proben gegenüber der Referenz eine um 5-6% erhöhte Ausbeute bzw. auf den Rohstoff erreicht wurde. Dies entspricht einer Erhöhung der

Produktausbeute von ca. 25% . Die Extrakte enthalten mit ca. 3% auch nur noch ein Viertel des Lignins, das in dem Xylan aus der Referenzprobe enthalten ist. Bezüglich der Kohlenhydratanteile zeigt sich ebenfalls eine erhebliche Steigerung der Produktqualität durch einen mit 73,9-80,7% deutlich höheren Xylangehalt (Xylose+Arabinose) im Extrakt. Die Substitution der Xylosekette mit Arabinose kann an dem Arabinose/Xylose-Verhältnis abgeschätzt werden. Hier ergeben sich leichte Unterschiede, die aber keine wesentlichen Änderungen der Eigenschaften erwarten lassen. Die Molmassen der Proben betragen im Mittel aller Proben 26.800 g/mol mit einer Standardabweichung von  $\pm$  8%. Dies ist etwas höher als die Schwankung der Methode. Die höchsten Molmassen wurden für die Referenz Ivory und die Probe 6571-W erreicht. Eine hohe Molmasse ist für die technische Verwendung der Arabinoxylane wünschenswert. Die Molmassen liegen aber alle noch in einem akzeptablen Bereich. Die Weißgrade der Xylane aus neuen Züchtungslinien lagen mit Ausnahme der Probe 06/6284-W über der Referenz.

Tab. 3 Extraktionsausbeute und Eigenschaften der isolierten Xylane aus den Extraktionen des Jahres 2007

Probe	Extraktionsausbeute [%]	Hydrolyserückstand [%]	$\Sigma$ Xylose + Arabinose [% abs.]	Verhältnis Ara : Xyl [%]	Molmasse Mw [g/mol]	Weißgrad [% ISO]
Ivory-W	25,1	11,3	61,9	15,3	29400	72,7
Nord 06/6226-W	31,3	2,7	78,7	14,7	26300	76,3
Nord 06/6284-W	31,1	2,8	80,7	13,6	24300	72,1
Nord 06/6287-W	31,1	3,1	76,5	13,9	25800	77,2
Nord 06/6571-W	31,1	3,4	73,9	16,1	29700	74,3
Nord 06/6760-W	30,6	2,8	79,3	14,3	25300	75,8

### 3.2 Extraktion von Xylan aus Spelzen neuer Züchtungslinien mit geringem Ligningehalt

Analog zu den Untersuchungen zu Projektbeginn (Kap. 2.1) wurden im Jahr 2009 verschiedene Proben ausgewählt, aus denen die Xylane isoliert und charakterisiert werden sollten. Die Aufarbeitung durch die Firma Peter Kölln KGaA hatte sich verzögert, da das Technikum der Firma Bühler umgebaut wurde. Es handelt sich also hier um Proben aus den Feldversuchen von 2007, deren Spelzen in 2008 chemisch charakterisiert worden sind.

Die Extraktion wurde erneut mit der reduzierten NaOH-Einsatzmenge von 3 % durchgeführt, um die Unterschiede deutlich herauszuarbeiten. Die Extraktionsausbeuten in Abb. 7 zeigen, dass die Ausbeuten für die meisten Proben in etwa den Mittelwert der Versuche an früheren Proben mit sehr niedrigem Ligningehalt erreichen. Die Probe 1406/30 weist eine sehr niedrige Ausbeute auf, da hier bei der Aufarbeitung ein Teil der Extrakte verloren ging. Die Probe wurde aber weiter betrachtet, da die chemische Analytik des Xylans davon nicht beeinträchtigt ist. Zusätzlich sind in diesem Vergleich auch zwei Proben der Donorsorte Assiniboia (1404/04 und 1404/31) enthalten. In einem Fall ist hier auch eine etwas geringere Extraktionsausbeute erhalten worden. Es muss aber berücksichtigt werden, dass für die Extraktionen jeweils nur rel. kleine Probenmengen (50-100 g) zur Verfügung stehen, so dass die Ausbeuten mit einer größeren experimentellen Schwankung behaftet sind. Die kleinen Probenmengen begründen sich daraus, dass die Parzellen für Züchtungsversuche jeweils rel. klein sind. Für die Aufarbeitung von der Entspelzung über die Sichter- und Weizenstuhlbehandlungen im Technikum der Firma Bühler, werden z.T. große Aggregate benutzt, so dass gerade bei den kleinen Mengen deutliche Ausbeuteverluste auftreten. Aus diesem Grund konnten die Versuche zur Extraktion nicht in größerem Maßstab durchgeführt werden.

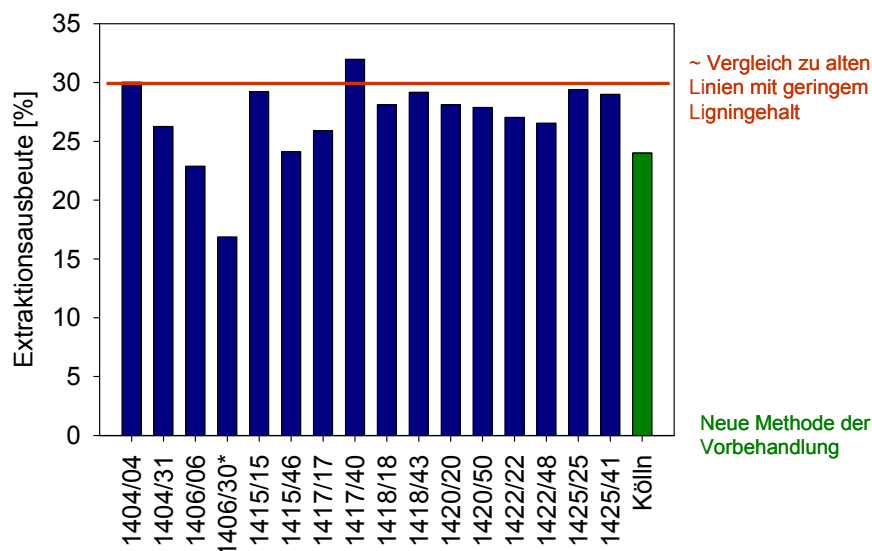


Abb. 7. Ausbeuten der Xylanextraktion aus ausgewählten Haferspелzen der Feldversuche aus 2007. (Extraktion: 3 % NaOH, 90 °C, Stoffdichte 10 %)

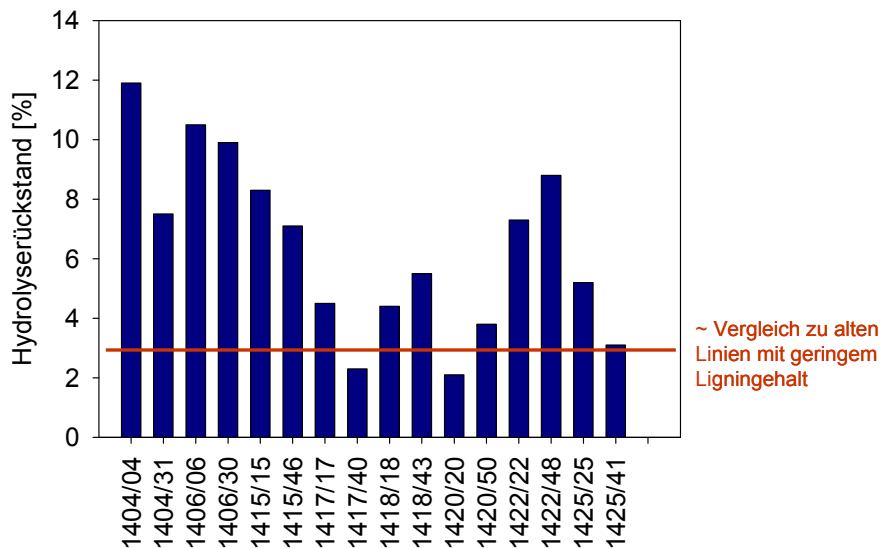


Abb. 8. Hydrolyserückstände (*Lignin + evtl. Cellulose*) der extrahierten Xylane nach einstufiger Hydrolyse mit  $H_2SO_4$  (Die horizontale Linie gibt als Vergleich die niedrigsten Ligningehalte aus Kap. 2.1 an)

Die Analyse der Xylane zeigte, dass der Arabinoxylangehalt im Extrakt bei den meisten Proben annähernd 80 % betrug. Dies entsprach den Ergebnissen, die zu Beginn des Projektes (Kap. 2.1) erhalten wurden. Die Ligningehalte in den extrahierten Xylanen können anhand der Rückstände der einstufigen Hydrolyse mit  $H_2SO_4$  beurteilt werden. Dieser Wert kann evtl. durch kristalline Cellulose in den Extrakten gestört werden, ist aber in jedem Fall die Obergrenze der säureunlöslichen Ligninanteile.

Es konnte gezeigt werden, dass für zahlreiche Proben aus den neuen Linien sehr niedrige Ligningehalte erhalten wurden. Diese Gehalte entsprachen den besten Ergebnissen aus den vorhergehenden Untersuchungen und wiesen teilweise noch zusätzliche Verbesserungen auf (Abb. 8).

Die Molmassen der extrahierten Xylane bewegten sich um die 25.000 g/mol und entsprachen ebenfalls den Ergebnissen aus Kap. 2.1. Die Substitution der Xylane mit Arabinose an der Hauptkette war aber deutlich höher ausgeprägt (Abb. 9). Hier besteht zum einen die Möglichkeit, dass es sich um einen Effekt der jahreszeitlichen Schwankungen handelt. Es ist auch möglich, dass dieser Effekt zumindest teilweise auf eine Veränderung der Analytik zurückgeht. Es wurde im Jahr 2009 ein neuer Autoklav für die Hydrolyse installiert, der eine schonendere Hydrolyse ermöglicht. Die Arabinose ist für Zersetzungsreaktionen besonders anfällig und könnte daher nun etwas höher ausfallen. Da ein hoher Substitutionsgrad für die Produkte als günstig erachtet wird, ist dies aber in jedem Fall ein positiver Befund.

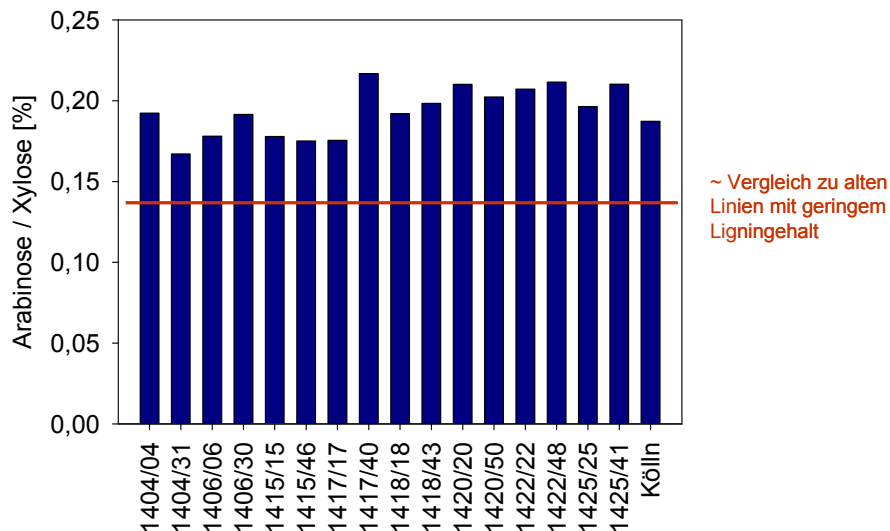


Abb. 9. Arabinose : Xylose-Verhältnis der Xylane, die aus den Haferspelzen der Feldversuche 2007 extrahiert wurden

In Abb. 8 und 9 ist eine weitere Probe aufgeführt, die mit dem Kürzel „Köln“ bezeichnet wird. Hierbei handelt es sich um eine neue Vorbehandlung, die durch die Firma Peter Köln KGaA an konventionellen Spelzen untersucht wurde. Diese Vorbehandlung ermöglichte ebenfalls eine gute Extraktionsausbeute bei zufriedenstellender Reinheit des gewonnenen Xylans.

## 4. Zusammenfassung

### 4.1 Analyse der Spelzen

In den Feldversuchen wurden in allen drei Projektjahren neue Linien gezüchtet, die jeweils deutlich verringerte Ligningehalte und erhöhte Arabinoxylangehalte aufwiesen. Dieser Effekt war, insbesondere bezüglich des Ligningehaltes, jeweils auf fast allen Standorten zu verfolgen. Der Standortvergleich gibt Hinweis darauf, dass generell das Merkmal des Ligningehaltes eine geringere Variation zwischen den Standorten zeigte als das Merkmal des Arabinoxylangehaltes. Diese Beobachtung war aber im Jahr 2008 weniger stark ausgeprägt. Generell zeigte der Standortvergleich im Jahr 2008 eine größere Variation als in den Jahren 2007 und 2009. Dies geht sicherlich darauf zurück, dass im Jahr 2008 eine sehr viel größere klimatische Variation zwischen den Standorten bestand.

Die Betrachtung der Extrema zeigt, dass konventionelle Sorten (ohne AC Assiniboia) im Jahr 2007 bis ca. 25% Lignin aufwiesen. Im Vergleich dazu konnten die Ligningehalte der neuen Linien im Jahr 2007 bis auf ca. 16 % und in den Jahren

2008 und 2009 auf ca. 13% reduziert werden. Die Arabinoxylangehalte konventioneller Sorten (ohne AC Assiniboia) betragen im Jahr 2007 bis zu ca. 35%. Die neuen Linien ergaben deutlich höhere Arabinoxylanausbeuten: 2007: bis ca. 38%; 2008: bis ca. 45%; und 2009: bis ca. 40%. Dies ist eine Steigerung von 5-10% bzgl. auf die Spelze. Die hohen Xylangehalte im Jahr 2008 müssen dabei sicher wieder auf die besonderen klimatischen Bedingungen, insbesondere die hohe Trockenheit, zurückgeführt werden.

#### **4.2 Extraktion der Xylane aus vorbehandelten Spelzen**

Die Versuche zur Extraktion von Sorten mit geringem Ligningehalt weisen darauf hin, dass der Haupteffekt für die verbesserte Extraktion in der Verringerung des Ligningehaltes und nicht in der Steigerung der Xylangehalte zu sehen ist. Die Reduzierung des Ligningehaltes führt bei den zu Projektbeginn untersuchten Proben zu deutlichen Ausbeutesteigerungen. Die Unterschiede im ohnehin hohen Arabinoxylangehalt (30-35%) lassen sich dagegen in den Produkten kaum direkt wieder finden. Die Xylane aus den neuen Linien weisen zumeist erhöhte Reinheitsgrade auf. Bei einigen neuen Linien werden die Ligningehalte in dem extrahierten Xylan auf bis zu 2 % reduziert.

An den Linien mit geringem Ligningehalt können, auch mit verminderten NaOH-Einsatz, die Xylane in guter Ausbeute und Reinheit erhalten werden. Die Spelzen der neuen Linie ergeben dabei ähnliche Extraktionsausbeuten wie die Donorsorte Assiniboia.

Die Struktur und Molmasse der Arabinoxylane wird durch die Züchtung nicht verändert. Die Substitution mit Arabinose ist im Vergleich zu früheren Extraktionen erhöht. Dies ist evtl. auf den Einfluss von Standort und Jahreseinfluss oder teilweise auch auf Änderungen der Analytik zurückzuführen. Es ist aber in jedem Fall eine positive Veränderung der Xylaneigenschaften.

#### **4.3 Bewertung und Ausblick**

Die für den eigenen Teilantrag dominierenden Projektziele waren der verringerte Ligninanteil in den Spelzen und die Verbesserung der Xylanextraktion aus diesen Spelzen. Diese Ziele konnten im Projekt in vollem Umfang erreicht werden. Um durch die Firma Nordsaat Saatzucht GmbH eine neue Sorte zu etablieren, müssen natürlich vor allem die Eigenschaften beurteilt werden, die für den Erfolg in einer Leistungsprüfung ausschlaggebend sind. Die Beurteilung dieser Parameter wird im Projektbericht der Firma Nordsaat Saatzucht GmbH vorgenommen.

## **5. Voraussichtlicher Nutzen der Ergebnisse im Sinne des Verwertungsplans**

Für die technische Isolierung und Verwertung der Xylane sind die Projektziele voll erreicht worden. Die Verwertung kann durch die Weiterentwicklung der neuen Linien zu einer Sorte erreicht werden; hier muss die Firma Nordsaat Saatzucht GmbH federführend werden. Aufgrund der guten Einschätzung der Forschungsergebnisse wird das vTI diese Untersuchungen aus Eigenmitteln noch weiter unterstützen.

Für die Proben aus den Feldversuchen des Jahres 2010 war im Projektantrag keine Untersuchung am vTI mehr vorgesehen. Eine derartige Untersuchung wäre auch zeitlich nicht mehr möglich gewesen. Die Firma Nordsaat Saatzucht GmbH wird an diesen Proben die neu etablierte NIR-Methode zum Einsatz bringen. An ausgewählten Proben des Jahres 2010 wird das vTI auch nach Projektende eine Charakterisierung durchführen, um die NIR-Methode zu überprüfen. Dadurch sollen Chancen auf eine Verwertung der Projektergebnisse weiter verbessert werden.

## **6. Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen**

Es sind dem vTI keine entsprechenden Forschungsarbeiten anderer Stellen auf dem Gebiet der Haferzüchtung bekannt. Am vTI wurden parallel zu dem hier dargestellten Projekt neue Ergebnisse bezüglich der Xylanverwertung erarbeitet und im BMBF-Forschungsbericht 01RI05217-9; „Xylan, ein neuartiges Papieradditiv“ (J. Puls, B. Saake) dargestellt.

Neue Ergebnisse von anderer Seite sind auf dem Gebiet der Erzeugung und Verwertung von Xylanen entstanden. Hier hat sich im Wesentlichen die Arbeitsgruppe von P. Gatenholm an der Chalmers University of Technology in Göteborg/Schweden mit der Gewinnung von Xylanen aus Birkenholz und Gerstenschalen sowie der Verwendung der isolierten Xylane für die Herstellung von Filmen und für die Adsorption an Cellulosefasern beschäftigt. Im Rahmen der Arbeiten zur Adsorption von Xylan an Cellulose wurde bestätigt, dass dieser Vorgang die Papierfestigkeiten steigern kann. Die verwendeten Xylane aus Gerstenschalen waren überwiegend ungebleicht und enthielten entsprechend Lignin. Es konnte bestätigt werden, dass das Restlignin die Löslichkeit und das Aggregationsverhalten von Xylanen beeinflusst. Auf die Zellstoffoberfläche aufgebrauchte Laubholzxylane verbesserten die Quellbarkeit der Stoffe, ihre Porosität, die spezifische Faseroberfläche und die Faserflexibilität (Köhnke et al. 2008; Köhnke et al. 2009; Westebye et al. 2007; Westebye et al. 2008).

Das vTI hatte außerhalb des Projektes mit Kooperationspartner weitere Arbeiten zur Verwertung der Xylane durchgeführt. Dabei wurde die Modifizierung von Textilfasern durch Xylane und andere Polysaccharide (Wendler et al. 2010) sowie die Erzeugung von Xylanfilmen mit organomineralischen Füllstoffen untersucht (Viota et al. 2010).

## **7. Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen**

Die Ergebnisse des Projektes wurden von dem Forschungskonsortium auf der internationalen Haferkonferenz als Vortrag vorgestellt. Es ist im Konsortium auch eine gemeinsame referierte Publikation geplant. Die Führung bei der Präsentation der Ergebnisse liegt dabei bei der Firma Nordsaat Saatzucht GmbH. Dies liegt darin begründet, dass die am vTI durchgeführte chemische Analytik nur in Verbindung mit den Züchtungsergebnissen publikationswürdig sind.

Diese Ergebnisse müssen fachlich von der Firma Nordsaat Saatzucht GmbH vertreten werden. Zudem muss die Firma Nordsaat Saatzucht GmbH gewährleisten, dass die Präsentation der Daten in der Form und vom Zeitpunkt aus gesehen die mögliche Entwicklung einer Sorte nicht gefährdet.

Vortrag auf der European Oat Conference, September 1-3, 2010:

Oat hull improvement and its use as a renewable resource

Steffen Beuch; Dirk Kahlke, Stefan Geiser, Bodo Saake, Jürgen Puls

## **8. Literatur:**

Puls, J. und Saake, B. (2004): Isolierung und Derivatisierung von Hemicellulosen aus Haferspелzen und anderen Einjahrespflanzen FNR Schlussbericht 22009700

Kahlke, D.; Puls, J.; Saake, B. (2006): Method for preparing oat husks for xylan production. WO 002006008136

T. Köhnke; C., Pujolras; P. Gatenholm; J.P. Roubroeks (2008): The effect of barley husk arabinoxylan adsorption on the properties of cellulose fibres. Cellulose 15(4), 537-546

T. Köhnke; H. Breid; G. Westman (2009): Adsorption of cationized barley husk xylan on kraft pulp fibres: influence of degree of cationization on adsorption characteristics, Cellulose 16,6, 1109-1121.



Schröder, N.; Engelhardt, J. ; Erasmy, N.; Lebioda, S. ; Saake, B.; Puls, J. (2006): Process for the production of hemicelluloses from lignocellulose material. Pat. Appl. WO 2006/066724 A1

Sinner, M., Puls, J. (1978): Non-corrosive dye reagent for detection of reducing sugars in borate complex ion-exchange chromatography. J. Chrom. 156:197-204.

Sinner, M., Simatupang, M.H., Dietrichs, H.H. (1975): Automated quantitative-analysis of wood carbohydrates by borate complex ion-exchange chromatography. Wood Sci. Technol. 9:307-322.

TAPPI UM 250, Acid-soluble lignin in wood and pulp, In: 1991 TAPPI Useful Methods, 1991, Tappi, Atlanta, GA, USA.

P. Westebye; T. Köhnke; P. Gatenholm; W. Glasser (2007): The influence of lignin on the self-assembly behaviour of xylan rich fractions from birch (*Betula pendula*) Cellulose 14, 603-613.

Wendeler, F., Meister, F., Wawro, D., Wesolowska, E., Ciechanska, D.; Saake, B., Puls, J., Le Moigne, N., Navard, P. (2010): Polysaccharide Blend Fibres Formed from NaOH, N-Methylmorpholine-N-oxide and 1-Ethyl-3-methylimidazolium acetate. Fibres & Textiles in Eastern Europe 18, 2, 21-30.

Viota, J.L., Lopez-Viota, M., Saake, B., Stana-Kleinschek, K., Delgado, A.V. (2010): Organoclay particles as reinforcement agents in polysaccharide films. Journal of Colloid and Interface Science 347, 74-78.

Westebye, P., Köhnke, T., Gatenholm, P. (2008): Fractionation and characterization of xylan rich extracts from birch. Holzforschung 62, 31-37.

Willfor, S., Pranovich, A., Tamminen, T., Puls, J., Laine, C., Suurnakki, A., Saake, B., Uotila, K., Simolin, H., Hemming, J., Holmbom, B. (2009): Carbohydrate analysis of plant materials with uronic acid-containing polysaccharides - A comparison between different hydrolysis and subsequent chromatographic analytical techniques. Ind. Crop. Prod. 29:571-580.