

## Suuruseralduskromatograafia (SEC)

2008 kevad

1

## Sissejuhatuseks

- Suuruseralduskromatograafias (SEC) eristatakse tihti kaht alaliiki:
  - Geelfiltratsiooni korral kasutatakse vee baasil eluent. Põhiline kasutusala: proteiinide eraldamine.
  - Geelläbivus-kromatograafia (gel permeation) eluent on orgaaniline solvent. Kasutatakse orgaanikas lahustuvate polümeeride eraldamiseks.

2008 kevad

2

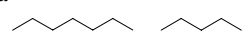
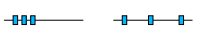

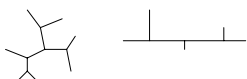
## SEC lahutuse alused

- Molekulid saavad tungida täidise pooridesse sõltuvalt suurusest.
  - 1. Suured molekulid pooridesse ei tungi ja elueeruvad kiiresti.
  - 2. Väiksed molekulid sisenevad pooridesse ja väljuvad sealt takistuseeta.
  - 3. Keskmise suurusega molekulid tungivad pooridesse vaid osaliselt. Mida väiksem molekul, seda kauem ta elueerub.

2008 kevad

3

## SEC võimaldab

- Lahutuse aluseks on molekulide hüdrodünaamiline ruumala (suurus).
- Võimaldab eristada
  - Ahela pikkus 
  - Alaühikute paiknemine 
  - Lõpprühmad 
  - Ehitus 

2008 kevad

4

## SEC tulemused

- Piigi ret aeg → keskmine molekulmass
- Piigi kuju → molekulmasside jaotus

2008 kevad

5

## Näide

- The Calibration of Size Exclusion Chromatography Columns: Molecular Mass Distributions of Heavy Hydrocarbon Liquids
  - Fatma Karaca, Carlos A. Islas, Marcos Millan, Mahtab Behrouzi, Trevor J. Morgan, Alan A. Herod, and R. Kandiyoti
  - Energy Fuels, 18 (3), 778 -788, 2004.  
10.1021/ef030178h S0887-0624(03)00178-6

2008 kevad

6

## Eesmärk

- Uurida SEC kalibratsiooni kasutades eluendina 1-metüül-2-pürrolidinooni.
- Analüüsida raskemaid nafta fraktsioone.
- Võrrelda saadud tulemusi MALDI tulemustega.

2008 kevad

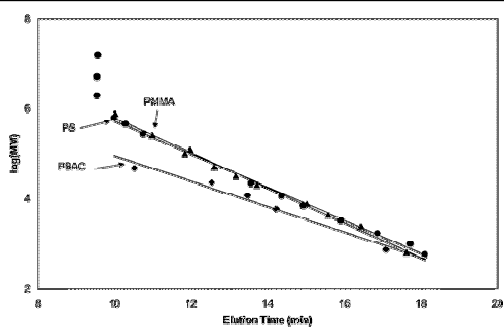
7

## Eksperimentaalne

- Kolonn: polüstüreen/polüdivinüülbenseen täidis, pikkus 30 cm, läbimõõduga 7.5 mm, täidiseosakeste läbimõõt 5 µm.
- Temperatuur: 80°C
- Eluendi voolukiirus: 0.5 ml/min
- Eluent: 1-metüül-2-pürrolidinoon

2008 kevad

8



- Kalibratsioon kasutades PMMA, PS ja PSAC (polüsahhariid) standardeid. MM – molekulmass.

2008 kevad

9

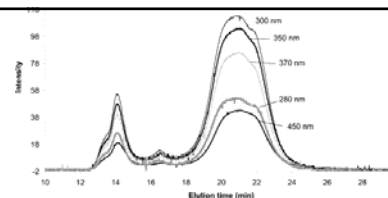
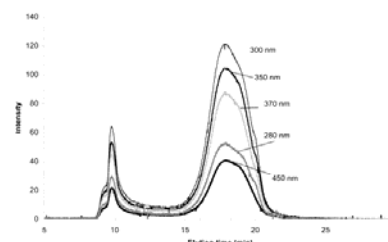


Figure 6 (a) Size exclusion chromatograms of the pyridine-insoluble fraction of a coal tar pitch, obtained using the Mixed-A column. (b) Size exclusion chromatograms of the pyridine-insoluble fraction of a coal tar pitch, obtained using the Mixed-D column



2008 kevad

## Tulemused

- Kalibratsioon on lineaarne kuni massini ca 300 000
- PMMA ja PS kalibreerimissirged langevad praktiliselt kokku. See näitab, et nende ainete lahutamiseks on statsionaarne ja mobiilne faas sobilikud.
- PSAC erineb teistest kalibreerimisstandarditest tõenäoliselt suure hulga OH rühmade esinemise tõttu.

2008 kevad

11

## Tulemused

- MALDI ja SEC tulemuste vahel leiti hea kokkulangevus kuni 3000 u-ni.
- Antud SEC tingimuste korral põhjustab suurima kõrvalekalde kalibreerimissirgest OH-rühmade esinemine molekulis. Kuni 15 000 u massi korral võib massi määrmise viga olla 2-2.5 korda. Muud struktuurierinevused nii suuri vigu ei põhjusta.

2008 kevad

12