

Unión Internacional de Química Pura y Aplicada

División de Química Analítica

Comisión para Cromatografía y otras Separaciones Analíticas
Comisión para Nomenclatura Analítica

NOMENCLATURA PARA CROMATOGRAFÍA

Preparado para su publicación por
L.S.ETTRE

Traducido al castellano por
M. I. Jiménez Vacas

Revisado por
M.V. Dabrio, J. Sanz, I. Martínez Castro

NOMENCLATURA PARA CROMATOGRAFÍA

UNIÓN INTERNACIONAL DE QUÍMICA PURA Y APLICADA
DIVISIÓN DE QUÍMICA ANALÍTICA
COMISIÓN PARA CROMATOGRAFÍA Y OTRAS SEPARACIONES ANALÍTICAS
COMISIÓN PARA NOMENCLATURA ANALÍTICA

NOMENCLATURA PARA CROMATOGRAFÍA

Preparado para su publicación por
L.S.Ettre

Departamento de Ingeniería Química, Universidad de Yale, New Haven, CT 06520, USA

Traducido al castellano por
M.I. Jiménez Vacas

Revisado por
M.V. Dabrio
J.Sanz
I. Martínez Castro

Instituto de Química Orgánica General
C.S.I.C. (Madrid)

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (R.S.E.Q.)

Edición realizada con la colaboración del Real Jardín Botánico (C.S.I.C.) Madrid

Traducción autorizada por el Comité Nacional de la IUPAC
(España).

Se permite la reproducción de este libro sin permiso formal
de la IUPAC, con la condición de hacer mención expresa de
su origen y llevar impreso los símbolos:
© IUPAC, 1993 y © GCTA (RSEQ), 1995.

© 1993 International Union of Pure and Applied Chemistry

Traducción al castellano:
© 1995 GCTA (RSEQ).

I.S.B.N.: 84-605-2385-3
Depósito legal: M.7764-1995
Impreso en España. *Printed in Spain*
Imprime: FARESO, S.A.
Paseo de la Dirección, 5
28039 Madrid

PRÓLOGO A LA EDICIÓN ESPAÑOLA

A veces se tiene la tentación de considerar las cuestiones de nomenclatura como problemas triviales, entretenimiento de personas que no tienen nada más importante que hacer o simple cuestión académica para puristas del lenguaje. Es evidente que, en el ámbito científico, lo primero es generar conceptos, definirlos correctamente y explicarlos a la comunidad científica. Para ello se necesita un lenguaje común que facilite la comunicación entre los que hablan, o entre los que escriben y leen. Naturalmente, es prescindible disponer de una terminología unificada pero, no cabe duda de que la comunicación se facilita extraordinariamente si se dispone de esta herramienta. Por esta razón es muy importante disponer de términos, con sus correspondientes definiciones claras, y símbolos que nos permitan hablar sin equívocos y leer un escrito científico sin tener que remitirnos continuamente a la lista de símbolos que debe acompañarlo.

La gestación de una nomenclatura unificada es, en general, difícil. Los términos unificados se producen mucho después que los conceptos, con lo que en el periodo intermedio se han creado costumbres difíciles de modificar. Esto hace que las nomenclaturas se vayan implantando con mucha lentitud, a pesar de sus reconocidas ventajas para facilitar la comprensión. En otras especialidades de la Química existe ya una fuerte tradición unificadora de conceptos y los expertos correspondientes admiten su necesidad y se adaptan a las nomenclaturas en sus escritos. Sería de desear que fuese ocurriendo lo mismo cuando se utilizan términos cromatográficos.

La formulación de una nomenclatura debe contemplar dos circunstancias importantes. La primera es su capacidad de adaptación a los tiempos. Van apareciendo conceptos nuevos, que es necesario definir de forma precisa, y los conceptos ya definidos, por muy bien que lo hayan sido, pueden evolucionar, haciéndose necesaria una revisión periódica de los mismos. La segunda es la necesidad de contemplar como definen otras especialidades los mismos conceptos o similares. Es mucho más frecuente de lo deseable encontrarse actualmente con fenómenos similares que se denominan de distinta manera según lo haga un químico físico, un químico analítico o un químico orgánico. Esta situación conduce a una parcelación “profesional” de la ciencia, en la que se tiende a crear grupos de “iniciados”, poniendo barreras a los que no son integrantes del grupo. No voy a repetir una crítica a este fenómeno, que ya hizo Molière repetidamente. Es evidente que esta situación no contribuye al desarrollo de la ciencia.

Esperemos que esta obra, que sin duda ha supuesto un notable trabajo integrador, contribuya a facilitar la comunicación entre los especialistas en las ciencias de la separación y el resto de la comunidad científica.

Madrid, 16 de febrero de 1995.

Manuel V. Dabrio

UNIÓN INTERNACIONAL DE QUÍMICA PURA Y APLICADA

DIVISIÓN DE QUÍMICA ANALÍTICA COMISIÓN PARA CROMATOGRAFÍA Y OTRAS SEPARACIONES ANALÍTICAS* COMISIÓN PARA NOMENCLATURA ANALÍTICA⁺

NOMENCLATURA PARA CROMATOGRAFÍA (Recomendaciones de la IUPAC,1993)

Preparado para su publicación por

L.S.ETTRE

Departamento de Ingeniería Química, Universidad de Yale, New Haven, CT 06520, USA

*Los miembros pertenecientes a la comisión durante el periodo (1989- 1993) en que se preparó este informe son los siguientes:

Presidente: P. C. Uden (1989-93); *Secretario:* C.A.M.G. Cramers (Holanda, 1989-91); R. M. Smith (UK, 1991-93); *Miembros titulares:* H. M. Kingston (USA, 1989-93); A. Marton (Hungria, 1991-93); *Miembros asociados:* V. A. Davankov (URSS, 1991-93); F. M. Everaerts (Holanda, 1989-93); K. Jinno (Japón, 1991-93); J. A. Jönsson (Suecia, 1991-93); A. Marton (Hungria, 1989-91); R. M. Smith (UK, 1989-91); G. Vigh (1989-91); W. Yu (China, 1989-93); *Representantes nacionales:* R. M. Habib (Egipto, 1989-91); F. Radler de Aquino Neto (1991-93); J. Garaj (Checoslovaquia, 1989-91), P. Bocek (Checoslovaquia, 1991-93), D. Baylocq (Francia, 1989-93); W. Engelwald (Alemania, 1989- 93); D. P. A. Siskos (Grecia, 1989- 93); S. N. Tandon (India 1989-93); D. W. Lee (Corea, 1991-93); J. A. García Domínguez (España, 1991-93); S. Özden (Turquía, 1991-93); Ü. L. Haldna (URSS, 1989-93).

⁺Los miembros pertenecientes a la comisión que preparó este informe durante el período (1977- 1989), se cita a continuación. (Nota: La comisión dejó de existir después de la 35ª Asamblea General de la IUPAC, Lund, 1989).

Presidente: H. Zettler (Alemania, 1977-79); G. G. Guilbault (USA, 1979- 83); G. Svehla (UK, 1983-85); R. E. Van Grieken (Bélgica, 1985-89); *Secretario:* G. G. Guilbault (USA, 1977-79); G. Svehla (UK, 1979-83); S. P. Perone (USA, 1983-85); C. L. Graham (UK, 1985-89); *Miembros titulares y asociados:* D. Betteridge (UK, 1977-79); C. A. M. G. Cramers (Holanda, 1979-89); L. A. Currie (USA, 1983-89); J. R. Devoe (USA, 1985-87); D. Dyrssen (Suecia, 1977-81); L. S. Ettre (USA, 1981-89); D. M. Everaerts (Holanda, 1985-89); A. E. Fein (USA, 1981-85); R. W. Frei (Holanda, 1977- 85); H. Freiser (USA, 1977-85); P. S. Goel (India, 1987-89); Y. Gohshi (Japón, 1987-89); R. E. Van Grieken (Belgica, 1979-85); G. G. Guibault (USA, 1981-87); W. Horwitz (USA, 1981-89); H. M. N. H. Irving (RSA, 1977-83); H. M. Kingston (1987-89); G. F. Kirkbright (UK, 1977-81); B. R. Kowalski (USA, 1981-85); D. Klockow (Alemania, 1977-89); M. A. Leonard (UK, 1983-87); D. Leyden (USA, 1983-85); R. F. Martin (USA, 1981-85); O. Menis (USA, 1977-81); M. Parkany (Suiza, 1985-89); G. J. Patriarche (Bélgica, 1987-89); S. P. Perone (USA, 1977-83); D. L. Rabenstein (USA, 1985-89); N. M. Rice (UK, 1977-83); L. B. Rogers (USA, 1977-79); B. Schreiber (Suiza, 1981-87); W. Simon (Suiza, 1977-85); J.W. Stahl (USA, 1985-89); G. Svehla (UK, 1977-79); A. Townshend (UK, 1977-79); H. Zettler (Alemania, 1979-81); *Representantes nacionales :* C. J. De Ranter (Bélgica, 1985-87); A. C. S. Costa (Brasil, 1979-83); I. Giolito (Brasil, 1983-85); W. E. Harris (Canadá, 1979-85); J. Stary (Checoslovaquia, 1981-89); A. M. Shams El-Din (Egipto, 1977-79); W. Rosset (Francia, 1981-85); K. Doerffel (Alemania, 1983-87); E. Grushka (Israel, 1981-85); M. Ariel (Israel, 1985-89); R. D. Reeves (Nueva Zelanda, 1987-89); H. M. N. H. Irving (RSA, 1983-85); D Jagner (Suecia, 1981-85); G. Svehla (UK, 1987-89); Ü. L. Haldna (URSS, 1985-89).

Nomenclatura para cromatografía (recomendaciones de la IUPAC, 1993)

Resumen

Este informe presenta definiciones de términos y símbolos utilizados en todas las separaciones cromatográficas que abarcan tanto la cromatografía de gases, líquidos, exclusión e intercambio iónico, como las dos formas de separación, en columna y en plano. Se incluyen también definiciones para la descripción del proceso de separación, del sistema cromatográfico y equipo, y de las propiedades de los detectores.

INTRODUCCIÓN

La Comisión para la Nomenclatura Analítica de la IUPAC ha trabajado activamente durante mucho tiempo con el fin de establecer nomenclaturas sobre cromatografía. Después de varias propuestas para cromatografía de gases [1-2] e intercambio iónico [3-4], la Comisión ha desarrollado una nomenclatura unificada de la cromatografía [5-6]. Paralelamente a estas actividades, otras organizaciones sobre normalización y diversos científicos, han aportado nomenclaturas para cromatografía de gases [7-15], cromatografía de fluidos supercríticos [16], cromatografía de líquidos [17-20], cromatografía de exclusión [21-23] y cromatografía en plano [24].

La Comisión de Nomenclatura Analítica de la IUPAC trabaja desde hace 20 años con el propósito de crear una nomenclatura unificada aplicable a todas las formas de la cromatografía. Desde entonces, las técnicas cromatográficas han avanzado significativamente. En base a esta evolución se decidió preparar una nomenclatura nueva, actualizada y universal para la cromatografía, que tuviera también en cuenta las recomendaciones incorporadas por otras nomenclaturas diferentes, elaboradas desde que se realizó el primer trabajo de la IUPAC.

La presente nomenclatura fue originalmente realizada por el Dr. L. S. Ettre para la Comisión de Nomenclatura Analítica. Después de la reorganización de las comisiones de la División Analítica en la Asamblea General de Lund en 1989, se hizo cargo de este proyecto la Comisión para Cromatografía y otras Separaciones Analíticas (LLTC). La Nomenclatura tiene en cuenta todas las nomenclaturas previas comentadas antes, así como las cuatro publicaciones relacionadas con este tema [25-27].

La presente nomenclatura versa sobre todos los términos y definiciones utilizados en la mayoría de las técnicas cromatográficas, tales como cromatografía de gases, líquidos y fluidos supercríticos, así como cromatografía en plano y en columna,

cromatografía de reparto, adsorción, intercambio iónico y exclusión. Sin embargo, no se incluyen los términos relacionados con los resultados calculados a partir de los datos cromatográficos, como por ejemplo los diversos términos de pesos moleculares calculados con los datos primarios obtenidos por cromatografía de exclusión. Tampoco presenta una información detallada sobre detección y detectores o sobre la relación entre estructura química y retención cromatográfica.

Normas Generales

Para desarrollar una nomenclatura unificada, se siguieron las normas y recomendaciones establecidas por la División de Química Física [28] de la IUPAC. De acuerdo con ellas, para las unidades y magnitudes físico-químicas más comunes, se deben utilizar los siguientes símbolos:

área.....	A
densidad.....	ρ
diámetro.....	d
coeficiente de difusión	D
constante de equilibrio	K
masa (peso).....	W
presión	p ó P
radio.....	r
temperatura (Kelvin).....	T
tiempo.....	t
velocidad	u
viscosidad	η
volumen.....	V

La única excepción a las normas establecidas por la División de Química Física de la IUPAC, es el uso de la L (en lugar de la l) para la longitud. La razón de este cambio es la posibilidad de confundir fácilmente en un texto impreso, y sobre todo mecanografiado, la letra l por el numeral "uno". Posteriormente se aceptaron otros símbolos, como la F para los valores de flujo volumétrico y w para las anchuras de pico. Asimismo, se ha hecho una distinción entre p (para presiones) y P (para la presión relativa).

Además de estas normas básicas, en la presente propuesta se han añadido las siguientes normas:

- (a) Excepto para unos pocos superíndices se señala una diferenciación adicional utilizando siempre subíndices y nunca símbolos compuestos.
- (b) Los superíndices se utilizan para algunos volúmenes y tiempos de retención, y en especial, para indicar los datos obtenidos en condiciones de temperatura programada.
- (c) Los subíndices que se refieren a las condiciones físicas o a la fase se escriben con

mayúscula. Por ej., M y S para las fases móvil y estacionaria respectivamente, o, en cromatografía de gases, G para el gas y L para la fase líquida. Así, el coeficiente de difusión en la fase móvil es D_M y no D_m .

- (d) Además de los ya mencionados, se utilizan otros símbolos con mayúscula, tales como R para "retención" (como en t_R y V_R), N para "neto" (como en t_N y V_N) y F en R_F , el factor de retardo utilizado en cromatografía en plano.
- (e) Se deben evitar los subíndices compuestos. Si un compuesto dado se indica en un término que ya tiene subíndice, y si el compuesto se caracteriza por más de un número simple o de una letra, el nuevo subíndice debe ir entre paréntesis. Así, se escribe t_{Ri} en el primer caso, y $t_{R(st)}$ o $t_{R(z+1)}$ en el segundo.
- (f) El subíndice "o", además de servir como referencia para la salida de la columna, también se utiliza en determinados términos para describir algunos valores fundamentales. De igual manera, el subíndice "i" tiene distintos significados según el término en que se utilice.
- (g) Las partes físicas del sistema se caracterizan generalmente con subíndices en minúscula, tales como c para columna, p para partículas o poros, y f para película.

Se incluyen, a continuación de la nomenclatura, tres tablas en las que se listan alfabéticamente los términos, símbolos y acrónimos incluidos en el texto

ÍNDICE DE MATERIAS

1. **TERMINOLOGÍA GENERAL**
 - 1.1 Definiciones básicas
 - 1.2 Métodos principales
 - 1.3 Clasificación según el tipo de lecho cromatográfico
 - 1.4 Clasificación según el estado físico de la fase móvil
 - 1.5 Clasificación según el mecanismo de separación
 - 1.6 Técnicas especiales

2. **TÉRMINOS RELACIONADOS CON EL SISTEMA CROMATOGRÁFICO**
 - 2.1 Instrumentación para cromatografía en columna
 - 2.2 Instrumentación para cromatografía en plano

3. **TÉRMINOS RELACIONADOS CON EL PROCESO CROMATOGRÁFICO Y CON LA TEORÍA DE LA CROMATOGRAFÍA**
 - 3.1 El medio cromatográfico
 - 3.2 La columna
 - 3.3 El cromatograma
 - 3.4 Difusión
 - 3.5 Temperaturas
 - 3.6 La fase móvil
 - 3.7 Parámetros de retención en cromatografía en columna
 - 3.8 Parámetros de retención en cromatografía en plano
 - 3.9 Constantes de distribución
 - 3.10 Términos para expresar la eficacia de la separación

4. **TÉRMINOS RELACIONADOS CON LA DETECCIÓN**
 - 4.1 Clasificación de los detectores
 - 4.2 Respuesta del detector
 - 4.3 Ruido y deriva
 - 4.4 Cantidad mínima detectable
 - 4.5 Rangos lineal y dinámico

5. **TERMINOLOGÍA ESPECIAL UTILIZADA EN CROMATOGRAFÍA DE INTERCAMBIO IÓNICO**
 - 5.1 Definiciones básicas
 - 5.2 La fase móvil
 - 5.3 El medio cromatográfico
 - 5.4 Medidas de capacidad
 - 5.5 Difusión, selectividad y separación
 - 5.6 Constantes de distribución

6. **TERMINOLOGÍA ESPECIAL UTILIZADA EN CROMATOGRAFÍA DE EXCLUSIÓN**

- 6.1 La columna
- 6.2 Parámetros de retención
- 6.3 Términos de eficacia

TABLAS

- 1 Índice de términos
- 2 Lista de símbolos
- 3 Lista de acrónimos utilizados en cromatografía

FIGURAS

- 1 Cromatogramas típicos
- 2 Cromatograma típico en plano
- 3 Anchuras de un pico gaussiano a diferentes alturas, en función de la desviación típica del pico
- 4 Medida del ruido y deriva en un detector cromatográfico
- 5 Representación de la linealidad de un detector cromatográfico
- 6 Representación del rango lineal y dinámico de un detector cromatográfico
- 7 Características de la retención en cromatografía de exclusión

1 TERMINOLOGÍA GENERAL

1.1 DEFINICIONES BÁSICAS

- 1.1.01 *Cromatografía*
La cromatografía es un método físico de separación en el cual los componentes a separar se distribuyen entre dos fases, una que es estacionaria (fase estacionaria) mientras que la otra, (la fase móvil) se mueve en una dirección determinada.
- 1.1.02 *Cromatograma*
Es un gráfico u otra representación de la respuesta del detector, de la concentración del analito en el efluente o de otra magnitud utilizada para medir una propiedad del efluente frente al volumen de efluente o tiempo. En cromatografía en plano, "cromatograma" puede ser el papel o capa con las zonas separadas.
- 1.1.03 *Cromatografiar*
Separar por cromatografía.
- 1.1.04 *Cromatógrafo*
Sistema instrumental para llevar a cabo la separación cromatográfica.
- 1.1.05 *Fase estacionaria*
La fase estacionaria es una de las dos fases que forman un sistema cromatográfico. Puede ser un sólido, un gel, o un líquido. Si es un líquido, puede estar adherido sobre un sólido. Este sólido puede o no contribuir al proceso de separación. El líquido también se puede unir químicamente al sólido (*fase unida químicamente*) o inmovilizarse sobre él (*fase inmovilizada*).

La expresión *lecho cromatográfico o sorbente*, se puede emplear como término general para denominar cualquiera de las diferentes formas en las que se presenta la fase estacionaria.

Nota: En particular, en cromatografía de gases en la que la fase estacionaria es con frecuencia un líquido, el término *fase líquida* se utiliza en lugar del de fase estacionaria por contraposición con el de *fase gaseosa*, que es la fase móvil. Por otro lado, y fundamentalmente en los comienzos de la cromatografía de líquidos, el término "*fase líquida*", se utilizó también para caracterizar la fase móvil por contraposición con la fase sólida,

que es la fase estacionaria. Debido a esta ambigüedad, se ha rechazado el uso del término. Si es necesario expresar el estado físico de la fase estacionaria, se propone el uso de formas adjetivas tales como *fase estacionaria líquida*, *fase estacionaria sólida* o *fase inmovilizada*.

- 1.1.05.1 *Fase unida químicamente*
Es una fase estacionaria que está covalentemente unida a las partículas del soporte o a la pared interna del tubo de la columna.
- 1.1.05.2 *Fase inmovilizada*
Es una fase estacionaria que está inmovilizada sobre las partículas del soporte o sobre la pared interna de la columna, por ejemplo, por polimerización *in situ* (reticulación) después del recubrimiento.
- 1.1.06 *Fase móvil*
Es un fluido que penetra a través o a lo largo del lecho estacionario, en una dirección determinada. Puede ser un líquido (*cromatografía de líquidos*) o un gas (*cromatografía de gases*) o un fluido supercrítico (*cromatografía de fluidos supercríticos*). En cromatografía de gases se puede utilizar la expresión *gas portador* para designar la fase móvil, y en cromatografía de elución se puede utilizar la palabra *eluyente* para designar esta misma fase.
- 1.1.07 *Eluir*
Cromatografiar por cromatografía de elución. El proceso de elución se puede detener mientras todos los componentes están aún en el lecho cromatográfico, o continuar hasta que todos los componentes lo hayan abandonado.
- Nota: El término *eluir* es preferible al término *desarrollar* utilizado en la anterior nomenclatura de cromatografía en plano.
- 1.1.08 *Efluente*
Es la fase móvil que sale de la columna.
- 1.1.09 *Muestra*
La muestra consiste en un determinado número de componentes cuya separación se alcanza en el lecho cromatográfico cuando son arrastrados o eluidos por la fase móvil.
- 1.1.10 *Componentes de la muestra*
Son los constituyentes químicamente puros de la muestra. Pueden no ser retenidos por la fase estacionaria, estar parcialmente retenidos (es decir

eluidos en tiempos diferentes), o bien permanentemente retenidos. Se puede aceptar también la palabra *analito* para designar a un componente de la muestra.

1.1.11 *Soluto*
Es un término que designa a los componentes de una muestra en una cromatografía de reparto.

1.1.12 *Disolvente*
Es un término con el que algunas veces se denomina a la fase estacionaria líquida, en una cromatografía de reparto.

Nota: En cromatografía de líquidos, el término "disolvente" se ha empleado con frecuencia para designar la fase móvil. Esta utilización no es recomendable.

1.1.13 *Zona*
Es una región del lecho cromatográfico donde se localizan uno o más componentes de la muestra. Se puede utilizar también el término *banda*.

1.2 MÉTODOS PRINCIPALES

1.2.01 *Cromatografía frontal*
Es un procedimiento en el cual la muestra (líquido o gas), se introduce de forma continua dentro del lecho cromatográfico. En cromatografía frontal no se utiliza ninguna fase móvil adicional.

1.2.02 *Cromatografía de desplazamiento*
Es un procedimiento en el que la fase móvil contiene un compuesto (el desplazante), que está más fuertemente retenido que los componentes de la muestra a analizar. La muestra se introduce en el sistema en una cantidad determinada.

1.2.03 *Cromatografía de elución.*
Es un procedimiento por el cual la fase móvil pasa continuamente a través o a lo largo de un lecho cromatográfico, y la muestra se introduce en el sistema en una cantidad determinada.

1.3 CLASIFICACIÓN SEGÚN LA CONFIGURACIÓN DEL LECHO CROMATOGRÁFICO

- 1.3.01 *Cromatografía en columna*
Es una técnica de separación en la que el lecho estacionario está dentro de un tubo. Las partículas de la fase estacionaria sólida, o del soporte recubierto con la fase estacionaria líquida, pueden llenar el volumen interno del tubo (*columna rellena*), o concentrarse sobre o a lo largo de la pared interna del tubo, dejando un camino abierto sin restricción, en la parte media, por el que circula la fase móvil (*columna abierta*).
- 1.3.02 *Cromatografía en plano*
Es una técnica de separación en la que la fase estacionaria es un plano o está sobre un plano. Este plano puede ser un papel utilizado como tal, o impregnado con una sustancia a modo de lecho estacionario (*cromatografía en papel, PC*), o bien una capa de partículas sólidas que recubren un soporte, como por ejemplo una placa de vidrio (*cromatografía en capa fina, TLC*). A veces, la cromatografía en plano se denomina también *cromatografía de lecho abierto*.

1.4 CLASIFICACIÓN SEGÚN EL ESTADO FÍSICO DE LA FASE MÓVIL

- 1.4.01 Las técnicas cromatográficas se clasifican, a menudo, indicando el estado físico de las dos fases utilizadas. Según esta clasificación, se utilizan las siguientes expresiones:

Cromatografía gas-líquido	(GLC)
Cromatografía gas-sólido	(GSC)
Cromatografía líquido-líquido	(LLC)
Cromatografía líquido-sólido	(LSC)

La expresión cromatografía de reparto gas-líquido (GLPC), también se puede encontrar en la bibliografía. Sin embargo, la distinción entre estas dos formas algunas veces no es fácil. Por ejemplo, en GC se puede utilizar un líquido para modificar un adsorbente sólido empleado como fase estacionaria.

- 1.4.02 *Cromatografía de gases (GC)*
Es una técnica de separación en la que la fase móvil es un gas. La cromatografía de gases se lleva a cabo siempre en columna.

1.4.03 *Cromatografía de líquidos (LC)*
Es una técnica de separación en la que la fase móvil es un líquido. La cromatografía de líquidos se puede realizar tanto en columna como en plano.

Nota: Hoy día, la cromatografía de líquidos en la que, normalmente se utilizan partículas muy pequeñas y presiones de entrada relativamente altas, se suele denominar *cromatografía de líquidos de alta eficacia (o alta presión)*, y con el acrónimo HPLC.

1.4.04 *Cromatografía de fluidos supercríticos (SFC)*
Es una técnica de separación en la que la fase móvil es un fluido ligeramente por encima de su temperatura y presión críticas.

Nota: En general, los términos y definiciones utilizados en cromatografía de gases o líquidos, son aplicables a la cromatografía de fluidos supercríticos.

1.5 CLASIFICACIÓN SEGÚN EL MECANISMO DE SEPARACIÓN

1.5.01 *Cromatografía de adsorción*
La separación se basa fundamentalmente en las distintas afinidades de adsorción de los componentes de la muestra hacia la superficie de un sólido activo.

1.5.02 *Cromatografía de reparto*
La separación se basa fundamentalmente en las diferencias de solubilidad de los componentes de la muestra en la fase estacionaria (cromatografía de gases) o en las diferencias de solubilidad de los componentes en la fase móvil y en la fase estacionaria (cromatografía de líquidos).

1.5.03 *Cromatografía de intercambio iónico*
La separación se basa fundamentalmente en la distinta susceptibilidad para el intercambio de iones de los componentes de la muestra.

Nota: Hoy día, la cromatografía de intercambio iónico sobre partículas pequeñas con columnas de alta eficacia, en la que se utilizan normalmente detectores conductimétricos o espectroscópicos, se suele denominar cromatografía iónica (IC).

1.5.04 *Cromatografía de exclusión*
La separación se basa fundamentalmente en efectos de exclusión, tales como diferencias en el tamaño de las moléculas y /o en su forma o en su carga. El término *cromatografía de exclusión por tamaño*, se puede utilizar cuando la separación se basa en el tamaño molecular. Los términos *cromatografía de filtración sobre gel* o *permeación sobre gel* (GPC), se han utilizado con anterioridad para describir este proceso cuando la fase estacionaria es un gel hinchado. El término *cromatografía de exclusión de iones* es específico para la separación de iones en una fase acuosa.

1.5.05 *Cromatografía de afinidad*
Esta expresión caracteriza a una particular variante de la cromatografía, en la que se utiliza para la separación una interacción biológica específica entre el analito y la fase.

1.6. TÉCNICAS ESPECIALES

1.6.01 *Cromatografía en fase inversa*
Es un procedimiento de elución utilizado en cromatografía de líquidos, en el cual la fase móvil es significativamente más polar que la fase estacionaria. Por ejemplo, un material de sílice porosa con radicales alquílicos unidos químicamente.

Nota: El término "fase reversa" es incorrecto y debe ser evitado.

1.6.02 *Cromatografía en fase normal*
Es un procedimiento de elución, en el cual la fase estacionaria es más polar que la fase móvil. Este término se utiliza en cromatografía de líquidos para acentuar el contraste con la cromatografía en fase inversa.

1.6.03 *Análisis isocrático*
Es un procedimiento en el que la composición de la fase móvil permanece constante durante el proceso de elución.

1.6.04 *Elución con gradiente*
Es un procedimiento en el cual la composición de la fase móvil cambia continuamente o por pasos, durante el proceso de elución.

1.6.05 *Elución por pasos*
Es un proceso de elución en el cual la composición de la fase móvil cambia de forma escalonada durante un análisis.

- 1.6.06 *Cromatografía bidimensional*
Es un procedimiento en el que todos los componentes separados de la muestra, o parte de ellos, se someten a una etapa adicional de separación. Se puede conseguir, por ejemplo, enviando una determinada fracción ya eluida, desde la columna a otra columna con características de separación diferentes. Cuando se combinan varias etapas adicionales de separación, se denomina *cromatografía multidimensional*.
- En cromatografía en plano, cromatografía bidimensional es el proceso por el que se obliga a los componentes a emigrar primero en una dirección, y seguidamente en otra, en ángulo recto con la primera. Las dos eluciones se llevan a cabo con eluyentes diferentes.
- 1.6.07 *Cromatografía isoterma*
Es un procedimiento en el cual la temperatura de la columna se mantiene constante durante la separación.
- 1.6.08 *Cromatografía con temperatura programada (programación de temperatura)*
Es un procedimiento en el cual se cambia sistemáticamente la temperatura de la columna durante parte o todo el proceso de separación.
- 1.6.09 *Cromatografía con flujo programado (programación de flujo)*
Es un procedimiento en el cual el flujo cambia de forma sistemática durante parte o todo el proceso de separación.
- 1.6.10 *Cromatografía con presión programada (programación de presión)*
Es un procedimiento en el cual la presión de entrada de la fase móvil cambia de forma sistemática durante parte o todo el proceso de separación.
- 1.6.11 *Cromatografía de reacción*
Es una técnica en la cual entre la introducción de la muestra y su detección, se transforman intencionadamente los componentes de dicha muestra. La reacción puede tener lugar bien al principio de la columna, con lo que la identidad química de los compuestos individuales que pasan a través de ella es diferente de la muestra original, o bien entre la columna y el detector, una vez separados los compuestos en la columna.
- 1.6.11.1 *Cromatografía de gases con pirólisis*
Es una versión de la cromatografía de reacción, en la cual la muestra se descompone térmicamente en fragmentos más sencillos antes de entrar en la columna.

1.6.11.2 *Derivatización post-columna*

Es una versión de la cromatografía de reacción, en la cual los compuestos eluidos después de separarse en la columna, se derivatizan antes de entrar en el detector. El proceso de derivatización se lleva a cabo "sobre la marcha", es decir, durante la transferencia de los componentes de la muestra desde la columna al detector. La derivatización también puede tener lugar antes de que la muestra entre en la columna o en un medio en plano; esto es lo que se denomina una *derivatización pre-columna (preliminar)*.

2. TÉRMINOS RELACIONADOS CON EL SISTEMA CROMATOGRÁFICO

2.1 INSTRUMENTACIÓN PARA LA CROMATOGRAFÍA EN COLUMNA

2.1.01 *Bomba*

Es un dispositivo diseñado para enviar la fase móvil al sistema de separación, con un flujo controlado.

2.1.01.1 *Bombas de jeringa*

Bombas con un pistón que avanza dentro de un cilindro liso, a una velocidad controlada, para desplazar la fase móvil.

2.1.01.2 *Bombas alternativas*

Bombas con una cámara simple o múltiple, desde la cual la fase móvil es desplazada por uno o varios pistones o diafragmas que trabajan de un modo alternativo.

2.1.01.3 *Bombas neumáticas*

Bombas que emplean un gas para desplazar la fase móvil líquida bien directamente, o bien mediante un pistón.

2.1.02 *Inyector de muestras*

Es un dispositivo por el que se introduce la muestra líquida, sólida o gaseosa en la fase móvil o en el lecho cromatográfico.

- 2.1.02.1 *Inyector directo*
Es un dispositivo para introducir directamente la muestra en la corriente de la fase móvil.
- 2.1.02.2 *Válvulas de inyección*
Son dispositivos en los que la muestra se introduce primeramente en una cámara cerrada (bucle), aislada temporalmente del sistema de la fase móvil por una válvula que se puede activar instantáneamente para dirigir el flujo hacia dicha cámara y arrastrar la muestra hacia la columna. Este dispositivo es conocido también como *inyector de válvula*.
- 2.1.02.3 *Inyector en columna*
Es un dispositivo para introducir la muestra directamente en la columna. En cromatografía de gases la inyección en columna permite introducir la muestra líquida en la columna sin evaporación previa.
- 2.1.02.4 *Inyector con evaporación instantánea*
Es un dispositivo caliente utilizado en cromatografía de gases. A través de él, la muestra se introduce en la corriente del gas portador con el que se mezcla y evapora simultáneamente antes de entrar en la columna.
- 2.1.02.5 *Inyección con división de flujo*
Esta técnica de introducción de muestras se utiliza en cromatografía de gases. La muestra se evapora instantáneamente y se mezcla con el gas portador, a continuación de lo cual el flujo se divide en dos partes, una de las cuales va a la columna y la otra fuera del sistema.
- 2.1.02.6 *Inyector con temperatura programada (PTV)*
Es un dispositivo de introducción de muestras utilizado en cromatografía de gases. La muestra se introduce, normalmente con jeringa, dentro de un inyector similar al de evaporación instantánea, cuya temperatura se mantiene por debajo del punto de ebullición de los componentes de la muestra. Después de retirar la jeringa, el sistema se calienta rápidamente y de forma controlada para evaporar la muestra en la corriente del gas portador. El PTV se puede utilizar también con división de flujo: en este caso, el gas portador que contiene los compuestos evaporados, se divide en dos partes, una de las cuales va a la columna, mientras que la otra se desecha.
- 2.1.02.7 *Válvula para inyección de gases.*
Es un inyector con división de flujo que permite la introducción de una muestra gaseosa de un determinado volumen en un cromatógrafo de gases.

- 2.1.03 *Horno para la columna*
Es un horno controlado termostáticamente en cuyo interior se encuentra la columna, y cuya temperatura (temperatura de separación o temperatura de la columna) se puede variar en un amplio rango.
- 2.1.04 *Colector de fracciones*
Es un dispositivo para recuperar fracciones del efluente de la columna.
- 2.1.05 *Detector*
Es un dispositivo que pone de manifiesto el cambio en la composición del eluyente, a partir de sus propiedades físicas o químicas.

2.2 INSTRUMENTACIÓN PARA CROMATOGRAFÍA EN PLANO

- 2.2.01 *Dispositivo de goteo*
Es la jeringa o micropipeta utilizada para depositar un volumen fijo de muestra, en forma de punto o línea, en el origen del papel o de la placa de capa fina.
- 2.2.02 *Cubeta de elución (cubeta de desarrollo)*
Es un recipiente cerrado que sirve para contener el medio empleado y la fase móvil, al tiempo que mantiene un ambiente constante del vapor de la fase.
- 2.2.02.1 *Cubeta sandwich*
Es una cámara con las paredes lo suficientemente próximas al papel o placa, como para alcanzar un equilibrio relativamente rápido.
- 2.2.02.2 *Elución ascendente (desarrollo ascendente)*
Se trabaja con el papel o placa en posición vertical o inclinada. La fase móvil se deposita en la parte inferior de los mismos y el movimiento se produce por capilaridad.
- 2.2.02.3 *Elución horizontal (desarrollo horizontal).*
Se trabaja con el papel o placa en posición horizontal. El movimiento de la fase a lo largo del plano se produce por capilaridad.
- 2.2.02.4 *Elución descendente (desarrollo descendente).*
Es una forma de operar en el que la fase móvil se introduce por el borde superior del papel o placa, y el movimiento hacia abajo se produce fundamentalmente por gravedad.

- 2.2.02.5 *Elución radial (desarrollo radial) o Elución circular (desarrollo circular)*
Es una forma de operar en el que la muestra se puntea aproximadamente en el centro del plano, y es desplazada en forma de un círculo por la fase móvil que se aplica en el mismo sitio.
- 2.2.02.6 *Elución anticircular (desarrollo anticircular)*
Es lo opuesto al 2.2.02.5. Aquí, tanto la muestra como la fase móvil se aplican en la periferia de un círculo, y ambos se mueven hacia el centro.
- 2.2.02.7 *Saturación de cubeta (condiciones de saturación)*
Esta expresión se refiere a la existencia de una distribución uniforme del vapor de la fase móvil dentro de la cubeta de elución, antes de iniciarse la cromatografía.
- 2.2.02.8 *Elución en condiciones de insaturación (desarrollo en condiciones de insaturación)*
Esta expresión significa que se realiza la cromatografía en una cubeta de elución que no ha alcanzado la saturación.
- 2.2.02.9 *Equilibrio*
Esta expresión significa que el lecho cromatográfico está saturado con el vapor de la fase móvil, antes de iniciarse la cromatografía.
- 2.2.03 *Sistema de revelado*
Es un dispositivo en el que el medio en plano puede ser observado con luz de determinadas longitudes de onda, en ocasiones después de rociar con reactivos químicos que vuelven visibles las manchas de los compuestos separados, bajo condiciones específicas.
- 2.2.04 *Densitómetro*
Es un dispositivo que permite que zonas del papel o capa fina ya desarrolladas, sean barridas con luz de una longitud de onda determinada, para medir su absorción de luz UV, visible, o su fluorescencia, lo que proporciona unos valores que sirven para cuantificar los compuestos separados.

3. TÉRMINOS RELACIONADOS CON EL PROCESO CROMATOGRÁFICO Y LA TEORÍA DE LA CROMATOGRAFÍA

3.1 EL MEDIO CROMATOGRÁFICO

- 3.1.01 *Sólido activo*
Es un sólido con propiedades de sorción.
- 3.1.02 *Sólido activo modificado*
Es un sólido cuyas propiedades de sorción se han cambiado por algún tratamiento.
- 3.1.03 *Soporte sólido*
Es un sólido que sostiene la fase estacionaria y que, idealmente, no contribuye al proceso de separación.
- 3.1.04 *Aglomerantes o adhesivos*
Son aditivos utilizados para mantener la fase estacionaria sólida unida a una lámina o placa con una superficie inactiva, en cromatografía de capa fina.
- 3.1.05 *Capa con gradiente*
Es un lecho cromatográfico utilizado en cromatografía de capa fina, en el cual existe una transición gradual de alguna de sus propiedades.
- 3.1.06 *Impregnación*
Es la modificación de las propiedades de separación del lecho cromatográfico con aditivos apropiados, en cromatografía en plano.
- 3.1.07 *Relleno*
Puede ser un sólido activo, o un soporte sólido más la fase estacionaria líquida, o bien un gel hinchado, contenidos en un tubo.
- 3.1.07.1 *Relleno totalmente poroso*
En este relleno la fase estacionaria penetra en cada partícula porosa.
- 3.1.07.2 *Relleno pelicular*
En este caso, la fase estacionaria forma una capa exterior porosa sobre una partícula impenetrable.

- 3.1.08 *Diámetro de partícula (d_p)*
Es el diámetro medio de las partículas sólidas.
- 3.1.09 *Radio de poro (r_p)*
Es el radio medio de los poros de las partículas sólidas.
- 3.1.10 *Porcentaje de fase líquida*
Es un término utilizado en cromatografía de reparto para expresar la cantidad relativa de fase estacionaria líquida en una columna rellena. Es igual al % de la masa de fase estacionaria líquida en el relleno total (fase estacionaria líquida más soporte).

3.2 LA COLUMNA

- 3.2.01 *Columna*
Es un tubo que contiene la fase estacionaria y a través del cual discurre la fase móvil.
- 3.2.02 *Columna rellena*
Es un tubo que contiene un relleno sólido.
- 3.2.03 *Columna abierta*
Es una columna, generalmente de diámetro pequeño, en la cual tanto la pared interna del tubo como un líquido o un sólido activo depositado sobre dicha pared actúan como fase estacionaria y existe un camino abierto, sin restricciones, por el que circula la fase móvil.
- 3.2.03.1 *Columna abierta de pared recubierta (WCOT)*
En estas columnas la fase estacionaria líquida recubre la pared interna del tubo, la cual es lisa y en general poco modificada.
- 3.2.03.2 *Columna abierta de pared porosa (PLOT)*
En estas columnas existe una capa porosa sobre la pared interna. Esta porosidad se puede conseguir tanto por medios químicos (por ejemplo, por ataque), como depositando partículas porosas sobre la pared a partir de una suspensión. La capa porosa puede servir de soporte para la fase líquida estacionaria, o actuar ella misma como fase estacionaria.
- 3.2.03.3 *Columna abierta recubierta con un soporte (SCOT)*
Es una versión de las columnas PLOT, con una capa de partículas sólidas depositadas a partir de una suspensión

- 3.2.04 *Columna capilar*
Es un término general para columnas que tienen un diámetro pequeño. Una columna capilar puede contener un relleno, o la fase estacionaria recubriendo su pared interna. El primer caso correspondería a una columna capilar rellena, mientras que el segundo correspondería a una columna abierta. Debido a la ambigüedad de este término, su uso sin un adjetivo no es recomendable.
- 3.2.05 *Volumen de la columna (V_c)*
Es el volumen geométrico de la parte del tubo que contiene el relleno.
- $$V_c = A_c L$$
- Donde A_c es el área de la sección transversal interna del tubo y L es la longitud de la parte rellena de la columna.
En el caso de las columnas abiertas de pared recubierta, el volumen de la columna corresponde al volumen geométrico interno del tubo que contiene la fase sólida o líquida sobre su pared.
- 3.2.06 *Volumen del lecho*
Es sinónimo a *volumen de la columna* en una columna rellena.
- 3.2.07 *Diámetro de la columna (d_c)*
Es el diámetro interno del tubo.
- 3.2.08 *Radio de la columna (r_c)*
Es el radio interno del tubo.
- 3.2.09 *Longitud de la columna (L)*
Es la longitud de la parte del tubo que contiene la fase estacionaria.
- 3.2.10 *Área de la sección transversal de la columna (A_c)*
Es el área de la sección transversal del tubo vacío
- $$A_c = \pi r_c^2 = \pi (d_c/2)^2$$
- 3.2.11 *Volumen interpartícula de la columna (V_o)*
Es el volumen ocupado por la fase móvil entre las partículas de la columna rellena. Se llama también *volumen intersticial* o *espacio vacío de la columna*.
- 3.2.11.1 En cromatografía de líquidos el volumen interpartícula sería, en un caso ideal, igual al volumen total de la fase móvil (V_M) en la columna, despreciándose cualquier volumen extra-columna.

- 3.2.11.2 En cromatografía de gases se puede utilizar el símbolo V_G para expresar el volumen interpartícula de la columna. En un caso ideal, y despreciando cualquier volumen extra-columna, V_G es igual al volumen corregido del gas en la columna (V) (ver 3.6.03 y 3.7.04).

$$V_G = V_M^o = V_M \cdot j$$

- 3.2.12 *Porosidad interpartícula (ε)*
Es el volumen interpartícula de una columna rellena por unidad de volumen de la columna.

$$\varepsilon = V_o/V_c$$

Se denomina también *fracción intersticial* de la columna.

- 3.2.13 *Volumen extra-columna*
Es el volumen entre el punto real de inyección y el punto real de detección, excluyendo la parte de la columna que contiene la fase estacionaria. Es la suma de los volúmenes del inyector, de las líneas de conexión y del detector.

- 3.2.13.1 *Volumen muerto*
Este término se utiliza también para expresar el volumen extra-columna. Estrictamente hablando, el término "volumen muerto" se refiere a los volúmenes del sistema cromatográfico que no están barridos por la fase móvil. Por otro lado, la fase móvil circula por la mayor parte de los volúmenes extra-columna. Debido a esta ambigüedad, se desaconseja el uso del término "volumen muerto".

- 3.2.14 *Espesor de fase estacionaria (d_f)*
Es un término que se utiliza para las columnas abiertas, y expresa el espesor medio de la película de fase estacionaria líquida que recubre la pared interna del tubo.

- 3.2.15 *Volumen de fase estacionaria (V_S)*
Es el volumen del líquido o sólido activo utilizados como fase estacionaria en la columna. El volumen de cualquier soporte sólido no se incluye. En el caso de la cromatografía de reparto con una fase estacionaria líquida, coincide con *el volumen de la fase líquida (V_L)*

- 3.2.16 *Masa (peso) de fase estacionaria (W_S)*
Es la masa (peso) del líquido o sólido activo utilizados como fase estacionaria en la columna. La masa (peso) de cualquier soporte sólido no se incluye. En el caso de la cromatografía de reparto con una fase

estacionaria líquida coincide con la *masa (peso) de fase líquida* (W_L).

3.2.17 *Relación de fases* (β)

Es la relación entre el volumen de fase móvil y el Volumen de fase estacionaria de la columna.

$$\beta = V_o / V_s$$

En el caso de las columnas abiertas, se puede sustituir V_o por el volumen geométrico interno del tubo (V_c).

3.2.18 *Permeabilidad específica* (B_o)

Es el término que expresa la resistencia de un tubo vacío o de una columna rellena al paso de un fluido (la fase móvil). En el caso de las columnas rellenas.

$$B_o = \frac{d_p^2 \varepsilon^3}{180(1 - \varepsilon)^2} \approx \frac{d_p^2}{1000}$$

En el caso de las columnas abiertas:

$$B_o = \frac{r_c^2}{8}$$

3.2.19 *Parámetro de resistencia al flujo* (ϕ)

Este término se utiliza para comparar la densidad y la permeabilidad de columnas rellenas con partículas diferentes; es adimensional.

$$\phi = d_p^2 / B_o$$

donde d_p es el diámetro medio de partícula. En las columnas abiertas $\phi = 32$.

3.3 EL CROMATOGRAMA

3.3.01 *Cromatograma diferencial*

Es un cromatograma obtenido con un detector diferencial (Fig. 1A).

3.3.02 *Cromatograma integral*

Es un cromatograma obtenido con un detector integral (ver Fig. 1B).

- 3.3.03 *Línea o punto de partida*
Es el punto o línea sobre el papel o capa cromatográfica donde se aplica la sustancia a separar (P en Fig. 2).
- 3.3.04 *Mancha*
Es una zona sobre el papel o capa fina que tiene una apariencia más o menos circular.
- 3.3.04.1 *Diámetro de la mancha* (ST en la Fig. 2)
Es la anchura de la mancha de un compuesto antes o después de la cromatografía.

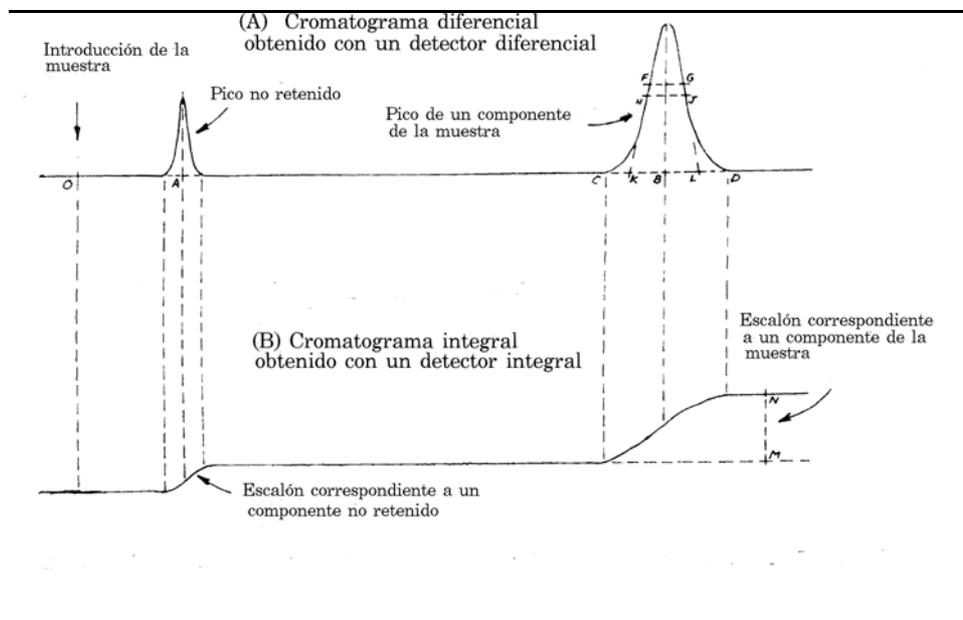


Figura 1.- Cromatogramas típicos. A, obtenido con un detector diferencial; B, obtenido con un detector integral.

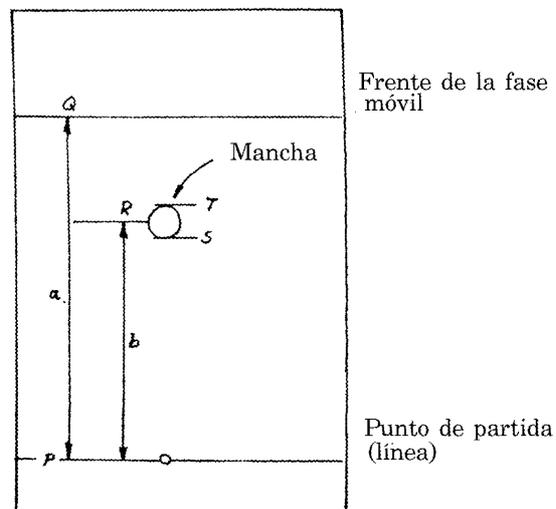


Figura 2.- Cromatograma típico en plano

- 3.3.05 *Línea base*
Es la parte del cromatograma que registra la respuesta del detector cuando solamente sale fase móvil de la columna.
- 3.3.06 *Pico*
Es la parte de un cromatograma diferencial que muestra la respuesta del detector cuando un compuesto es eluido de la columna (ver Fig. 1A). Dos o más compuestos se pueden eluir como un pico sin resolver cuando su separación es incompleta.
- 3.3.06.1 *Base de un pico* (CD en la Fig. 1A)
Es la interpolación de la línea base entre los dos extremos del pico.
- 3.3.06.2 *Area del pico* (CHFEGJD en la Fig. 1A)
Es el área comprendida entre el pico y su base.

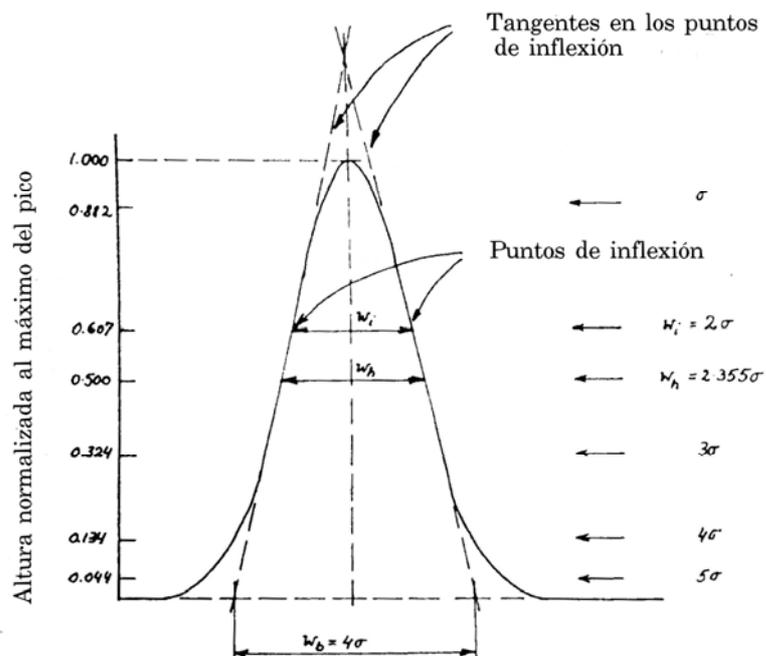


Figura 3.- Anchuras de un pico gaussiano a diferentes alturas en función de la desviación típica del pico

3.3.06.3 *Máximo del pico* (E en la Fig. 1A)

Es el punto del pico en el que la distancia a la base, medida en dirección paralela al eje que representa la respuesta del detector, es máxima.

3.3.06.4 *Altura del pico* (EB en la Fig. 1A)

Es la distancia entre el máximo del pico y su base, medida en dirección paralela al eje que representa la respuesta del detector.

3.3.06.5 *Desviación típica (σ)*

En la ecuación que relaciona a la anchura y altura de un pico gaussiano,

$$y = y_o \cdot \exp\left[-\frac{x^2}{2\sigma^2}\right]$$

y es la altura del pico en cualquier punto del pico, y_o es la altura del pico en el máximo, x es la distancia desde la ordenada (es decir, la mitad de la anchura en ese punto) y σ es la desviación típica del pico. En la práctica, la desviación típica se puede calcular a partir de uno de los valores de anchura de pico especificados más abajo.

3.3.06.6 *Varianza del pico*

Es el cuadrado de la desviación típica (σ^2).

3.3.07 *Anchura de pico*

La anchura de pico viene expresada en las dimensiones de la retención (tiempo o volumen), y se mide en paralelo a la línea base. Si la línea base no es paralela al eje que representa al tiempo o volumen, la anchura del pico se debe dibujar paralela a este eje. Normalmente en cromatografía se utilizan tres medidas de anchura de pico (ver Fig. 1A y Fig. 3).

3.3.07.1 *Anchura de pico en la base (w_b)* (KL en la Fig. 1A y Fig. 3).

Es el segmento de la base del pico interceptado por las tangentes en el punto de inflexión, a ambos lados del pico.

3.3.07.2 *Anchura de pico a la mitad de la altura (w_h)* (HJ en la Fig. 1A y Fig. 3)

Es la longitud de la línea paralela a la base del pico al 50 % de la altura del pico, y limitada por las líneas de subida y bajada del pico.

Nota: La anchura del pico en la base (w_b), se puede llamar "anchura base". Sin embargo la anchura a mitad de la altura, no se debe llamar nunca " anchura media ", pues esto tiene un significado completamente diferente. Asimismo, no se debe utilizar el símbolo $w_{1/2}$ en lugar de w_h .

3.3.07.3 *Anchura de pico en los puntos de inflexión (w_i)* (FG en la Fig. 1A y Fig. 3).

Es la longitud de una línea trazada entre los puntos de inflexión, y paralela a la base del pico.

- 3.3.07.4 En el caso de un pico gaussiano (simétrico), las anchuras de pico se relacionan con la desviación típica (σ) del pico, según las siguientes ecuaciones.

$$w_b = 4 \sigma$$

$$w_h = 2 \sigma \sqrt{(2 \ln 2)} = 2.355 \sigma$$

$$w_i = 2 \sigma$$

- 3.3.08 *Cola*
Asimetría del pico con respecto a la línea base, de tal forma que la línea de subida es más pendiente que la de bajada. En cromatografía en papel y capa fina, se refiere a la distorsión de una mancha que muestra una región difusa en la parte trasera, en la dirección del flujo.
- 3.3.09 *Frente*
Asimetría del pico con respecto a la línea base, de forma tal que la línea de subida es menos pendiente que la de bajada. En cromatografía en papel y capa fina, se refiere a la distorsión de una mancha que muestra una región difusa en su parte delantera, en la dirección del flujo.
- 3.3.10 *Escalón*
Es la porción de un cromatograma integral que registra la cantidad de un compuesto o el correspondiente cambio en la señal del detector cuando el compuesto sale de la columna (ver Fig 1B).
- 3.3.10.1 *Altura de escalón* (NM en la Fig. 1B)
Es la distancia, medida en la dirección de la respuesta del detector, entre las prolongaciones en línea recta de las líneas bases, a ambos lados de un escalón.
- 3.3.11 *Patrón interno*
Es el compuesto que se añade a la muestra en una concentración conocida, para facilitar la identificación cualitativa y /o realizar la determinación cuantitativa de los componentes de la muestra.
- 3.3.12 *Patrón externo*
Es un compuesto que está presente en una muestra patrón de concentración y volumen conocidos, la cual se analiza separadamente de la muestra desconocida y en idénticas condiciones. Se utiliza para facilitar la identificación cualitativa y/o realizar la determinación

cuantitativa de los componentes de la muestra. El volumen del patrón externo (muestra patrón), no es preciso conocerlo cuando es idéntico al de la muestra desconocida.

- 3.3.13 *Marcador*
Es una sustancia de referencia, cromatografiada con la muestra para ayudar a la identificación de los componentes.

3.4 DIFUSIÓN

- 3.4.01 El coeficiente de difusión (D) es la cantidad de una determinada sustancia que se difunde por unidad de área en 1 s, bajo la influencia de un gradiente unidad.
Normalmente se expresa en $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$.
- 3.4.02 *Coficiente de difusión en la fase estacionaria (D_S o D_L)*
Es el coeficiente de difusión que caracteriza la difusión en la fase estacionaria. En cromatografía de reparto con una fase estacionaria líquida, se puede utilizar el símbolo D_L para expresar este término.
- 3.4.03 *Coficiente de difusión en la fase móvil (D_M o D_G)*
Es el coeficiente de difusión que caracteriza la difusión en la fase móvil. En cromatografía de gases, donde la fase móvil es un gas, se puede utilizar el símbolo D_G para expresar este término.
- 3.4.04 *Velocidad de difusión (u_D)*
Este término se utiliza en cromatografía de líquidos para expresar la velocidad reducida de la fase móvil (ver 3.6.05.3). La velocidad de difusión expresa la rapidez de la difusión dentro de los poros de las partículas:

$$u_D = D_M/d_p$$

3.5 TEMPERATURAS

- 3.5.01 *Temperatura ambiente (T_a)*
Es la temperatura fuera del sistema cromatográfico.
- 3.5.02 *Temperatura de inyección*
Es la temperatura dentro del dispositivo de inyección.

- 3.5.03 *Temperatura de separación (T_c)*
Es la temperatura del lecho cromatográfico en condiciones isotermas de operación. En cromatografía en columna, se llama *temperatura de la columna*.
- 3.5.04 *Temperaturas durante un análisis con temperatura programada*
- 3.5.04.1 *Temperatura inicial*
Es la temperatura del lecho cromatográfico (columna), al comienzo del análisis. La programación de temperatura puede comenzar inmediatamente después de la introducción de la muestra o puede estar precedida de un corto período inicial isoterma (*temperatura inicial isoterma*). En este caso, hay que especificar el *tiempo inicial isoterma*.
- 3.5.04.2 *Velocidad de programación*
Es la velocidad a la que se incrementa la temperatura de la columna. Este incremento normalmente es lineal ($^{\circ}\text{C. min}^{-1}$), pero también puede no serlo. Durante un análisis, se puede cambiar la velocidad de la temperatura y/o interrumpir la programación durante un período isoterma. En este caso, podemos hablar de *programación múltiple*.
- 3.5.04.3 *Temperatura isoterma durante un análisis*
Es la temperatura de la columna durante un período isoterma de la elución. El tiempo correspondiente (*período isoterma durante un análisis*) también hay que especificarlo.
- 3.5.04.4 *Temperatura final*
Es la temperatura más alta a la que se programa la columna.
- 3.5.04.5 *Temperatura final isoterma*
Es la temperatura final del programa, cuando éste va seguido de un período isoterma. El tiempo correspondiente al *período isoterma final*, también se debe especificar.
- 3.5.04.6 *Temperatura de retención*
Es la temperatura de la columna correspondiente al máximo del pico.
- 3.5.05 *Temperatura del detector*
Es la temperatura de la célula del detector. En el caso de un detector que opere con una llama, se refiere a la temperatura de la base del detector.

3.6 LA FASE MÓVIL

- 3.6.01 *Viscosidad de la fase móvil (η)*
Es la viscosidad de la fase móvil a la temperatura del lecho cromatográfico.
- 3.6.02 *Presiones*
- 3.6.02.1 *Presión de entrada (p_i)*
Es la presión absoluta a la entrada de una columna cromatográfica.
- 3.6.02.2 *Presión de salida (p_o)*
Es la presión absoluta a la salida de un columna cromatográfica. Normalmente, aunque no necesariamente, es igual a la presión atmosférica fuera del sistema cromatográfico.
- 3.6.02.3 *Caída de presión (Δp)*
Es la diferencia entre la presión de entrada y la presión de salida:
- $$\Delta p = p_i - p_o$$
- 3.6.02.4 *Presión relativa (P)*
Es la relación entre la presión de entrada y la presión de salida:
- $$P = p_i / p_o$$
- 3.6.03 *Factor de corrección por la compresibilidad de la fase móvil (j)*
Es un factor que se aplica a una columna homogénea, de diámetro uniforme y que corrige la compresibilidad de la fase móvil en la columna. También se llama *factor de corrección de la compresión*. En cromatografía de gases, el factor de corrección se puede calcular de la siguiente manera:

$$j = \frac{3 P^2 - 1}{2 P^3 - 1} = \frac{3 (p_i / p_o)^2 - 1}{2 (p_i / p_o)^3 - 1}$$

En cromatografía de líquidos, la compresibilidad de la fase móvil se desprecia.

Nota: En anteriores nomenclaturas, este término se ha expresado como "factor de corrección para el gradiente de presión". Sin embargo, es incorrecto, pues no es el gradiente de presión sino la compresión

de la fase móvil lo que necesita utilizar este factor. En cromatografía de líquidos, donde la compresión de la fase móvil es despreciable, no es necesario aplicar ningún factor de corrección para calcular la velocidad de la fase móvil; sin embargo, sí existe un gradiente de presión a lo largo de la columna.

3.6.04 *Flujo*

Es el volumen de fase móvil que pasa por la columna por unidad de tiempo.

- 3.6.04.1 El flujo se mide normalmente a la salida de la columna a presión (p_a) y temperatura (T_a , en K) ambiente; su valor se indica con el símbolo F . Si la medida se realiza con un flujómetro que contiene agua (por ejemplo, un flujómetro con pompas de jabón), es necesario corregir F a las condiciones del gas seco para obtener *el flujo de la fase móvil a temperatura ambiente* (F_a):

$$F_a = F (1 - p_w / p_a)$$

donde p_w es la presión parcial del vapor de agua a temperatura ambiente.

- 3.6.04.2 Para especificar las condiciones cromatográficas de una columna, el flujo (*el flujo de la fase móvil a la temperatura de la columna*, F_c) se debe expresar a la temperatura de la columna T_c (Kelvin):

$$F_c = F_a (T_c / T_a)$$

3.6.05 *Velocidades*

3.6.05.1 *Velocidad de la fase móvil* (u)

Es la velocidad de la fase móvil a través de la sección transversal media del lecho cromatográfico o columna. Se puede calcular a partir del flujo a la temperatura de la columna (F_c), del área de la sección transversal de la columna (A_c) y de la porosidad interpartícula (ϵ)

$$u = F_c / (\epsilon A_c)$$

En la práctica, la velocidad de la fase móvil se suele calcular dividiendo la longitud de la columna (L) por el tiempo de retención de un compuesto no retenido (t_M ; ver 3.7.03):

$$u = L / t_M$$

- 3.6.05.2 En cromatografía de gases, debido a la compresibilidad del gas portador, la velocidad lineal será diferente en las diferentes posiciones longitudinales de la columna. Por consiguiente, se pueden distinguir dos definiciones:

La velocidad del gas portador a la salida de la columna (u_o) se puede obtener como se mencionó antes, a partir del flujo del gas portador a la salida de la columna.

$$u_o = F_c / (\epsilon A_c)$$

La velocidad lineal media del gas portador (\bar{u}) se obtiene a partir de u_o corregida por la compresibilidad del gas:

$$\bar{u} = u_o j$$

La velocidad lineal media del gas portador se puede obtener también dividiendo la longitud de la columna (L) por el tiempo de retención de un compuesto no retenido (t_M):

$$\bar{u} = L / t_M$$

En cromatografía de líquidos, donde la compresión de la fase se desprecia, $\bar{u} = u$

- 3.6.05.3 *Velocidad reducida de la fase móvil (v)*
Es un término que se utiliza Normalmente en cromatografía de líquidos. Compara la velocidad de la fase móvil con la de difusión dentro de los poros de las partículas (la llamada velocidad de difusión, u_D : ver 3.4.04):

$$v = \bar{u} / u_D = \bar{u} d_p / D_M$$

En columnas abiertas:

$$v = \bar{u} d_c / D_M$$

3.7 PARÁMETROS DE RETENCIÓN EN CROMATOGRFÍA EN COLUMNA

- 3.7.01 Los parámetros de retención se pueden medir en términos de distancias sobre el papel o tiempos, y también como volúmenes de fase móvil; por ejemplo, t (tiempo) es análogo a V (volumen). Si la velocidad del registrador es constante, la distancia en el papel es directamente

proporcional al tiempo. De forma similar, si el flujo es constante, el volumen es directamente proporcional al tiempo.

Nota: En cromatografía de gases o en cualquier cromatografía en la que la fase móvil se expande por la columna, V_M , V'_R y V son los volúmenes a la presión de salida de la columna. Si F_c que representa el flujo del gas portador a la salida de la columna y corregido a la temperatura de la columna (ver 3.6.04.2), se utiliza para, a partir de los tiempos de retención, calcular los volúmenes de retención, estos últimos corresponden a los volúmenes a la temperatura de la columna.

3.7.02 Las diferentes condiciones en que se pueden expresar los volúmenes (tiempos) de retención, se indican con superíndices: así, el signo llamado "prima" (´, como en V'_R) significa la corrección del volumen (tiempo) básico, mientras que un círculo (°, como en V°_R) significa la corrección de la compresión de la fase móvil. En el caso de volumen (tiempo) de retención neto, se deberían aplicar ambas correcciones; sin embargo y para evitar confusiones por el uso de un superíndice doble, se emplea un nuevo símbolo (V_N, t_N) para expresar el volumen (tiempo) de retención netos.

3.7.03 *Volumen (tiempo) básico (V°_M, t_M)*
Es el volumen de fase móvil (o el tiempo correspondiente) requerido para eluir un compuesto cuya concentración en la fase estacionaria es despreciable comparada con la de la fase móvil. En otras palabras, la fase estacionaria no retiene a este compuesto. Así, el volumen (tiempo) básico es igual al *volumen (tiempo) de retención de un compuesto no retenido*. El volumen (tiempo) básico corresponde a la distancia OA en la Fig. 1A e incluye las contribuciones de los volúmenes del inyector, detector, conexiones...

$$t_M = V_M / F_c$$

3.7.04 *Volumen básico corregido del gas (V°_M)*
Es el volumen básico multiplicado por el factor de corrección de la compresión (compresibilidad) (j) :

$$V^{\circ}_M = V_M \cdot j$$

Suponiendo que se desprecia el volumen extra-columna sobre V_M (ver 3.2.11.2) :

$$V^{\circ}_M = V_G$$

3.7.05 *Volumen (tiempo) total de retención (V_R, t_R)*
Es el volumen de fase móvil que entra en la columna desde el momento de

la inyección hasta el momento de la salida del pico, para un determinado componente de la muestra (OB en la Fig 1A), o su correspondiente tiempo. En él va incluido el volumen (tiempo) básico :

$$t_R = V_R / F_c$$

3.7.06 *Volumen (tiempo) de elucion del pico (\bar{V}_R, \bar{t}_R)*

Es el volumen de fase móvil que entra en la columna desde el comienzo de la elución hasta la salida del máximo del pico, o su tiempo correspondiente. En la mayoría de los casos es igual al volumen (tiempo) total de la retención. Sin embargo, existen casos en los que el proceso de elución no comienza en el momento de la introducción de la muestra. Por ejemplo, en cromatografía de líquidos, hay veces que la columna se lava con un líquido después de depositar la muestra para desplazar compuestos que no son de interés y durante este tratamiento la muestra no pasa por la columna. En cromatografía de gases también existen casos en los que la muestra líquida se deposita en la parte superior de la columna, pero su elución comienza después de un período dado. Este término es útil en tales casos.

3.7.07 *Volumen (tiempo) de retención ajustado (V'_R, t'_R)*

Es el volumen (tiempo) total de elucion menos el volumen (tiempo) básico. Corresponde a la distancia AB en la Fig. 1A:

$$V'_R = V_R - V_M$$

$$t'_R = t_R - t_M = (V_R - V_M) / F_c = V'_R / F_c$$

3.7.08 *Volumen (tiempo) de retencion corregido (V^o_R, t^o_R)*

Es el volumen (tiempo) total de retención multiplicado por el factor de corrección de la compresión (j) :

$$V^o_R = V_R \cdot j$$

$$t^o_R = V_R \cdot j / F_c = V^o_R / F_c$$

- 3.7.09 *Volumen (tiempo) de retención neto (V_N, t_N)*
Es el volumen (tiempo) de retención ajustado multiplicado por el factor de corrección de la compresión (j):

$$V_N = V'_R \cdot j$$

$$t_N = V'_R \cdot j / F_c = V_N / F_c$$

- 3.7.10 En cromatografía de líquidos, la compresibilidad de la fase móvil se desprecia, por lo que el factor de corrección de la compresión no se aplica. Por esta razón, los volúmenes (tiempos) de retención totales y corregidos son idénticos ($V_R = V^{\theta}_R$; $t_R = t^{\theta}_R$), y también lo son los volúmenes (tiempos) de retención ajustados y netos ($V'_R = V_N$; $t'_R = t_N$).

- 3.7.11 *Volúmenes de retención específicos*

- 3.7.11.1 *Volumen de retención específico a la temperatura de la columna V_g^{θ}* Es el volumen de retención neto, por gramo de fase estacionaria (bien sea un líquido, un sólido activo o un gel sin disolvente (W_s)):

$$V_g^{\theta} = V_N / W_s$$

- 3.7.11.2 *Volumen de retención específico a 0 °C (V_g)*
Es el valor de V_g^{θ} corregido a 0 °C:

$$V_g = V_g^{\theta} \frac{273.15 \text{ K}}{T_c} = \frac{V_N}{W_s} \frac{273.15 \text{ K}}{T_c}$$

donde T_c es la temperatura de la columna (en Kelvin)

- 3.7.12 *Factor de retención (k)*
El factor de retención es una medida del tiempo que un compuesto permanece en la fase estacionaria, en relación con el tiempo que permanece en la fase móvil. Matemáticamente, es la relación entre el volumen (tiempo) de retención ajustado y el volumen (tiempo) básico.

$$k = V'_R / V_M = t'_R / t_M$$

Si la constante de distribución (ver 3.9) es independiente de la concentración del compuesto, el factor de retención es también igual a la relación entre las

cantidades del compuesto en las fases estacionaria y móvil, en el equilibrio.

$$k = \frac{\text{cantidad del compuesto en la fase estacionaria}}{\text{cantidad del compuesto en la fase móvil}}$$

Si la fracción del compuesto en la fase móvil es R (ver 3.7.13), la fracción en la fase estacionaria será $(1 - R)$, de esta manera:

$$k = (1 - R) / R$$

Nota: En anteriores nomenclaturas y en la bibliografía, se pueden encontrar expresiones tales como *relación de reparto*, *relación de capacidad*, *factor de capacidad*, o *factor de distribución de masa*, para describir este término. También se ha utilizado el símbolo k' para designar al factor de retención, sobre todo en cromatografía de líquidos. La razón original fue para distinguirlo del coeficiente de reparto (constante de distribución) para el que se utilizaba el símbolo K . Sin embargo, desde que las constantes de distribución se identifican con un subíndice, no hay razón para añadir el signo llamado " prima " a este símbolo. Hay que resaltar que todas las nomenclaturas reconocidas (IUPAC, BS, ASTM) siempre han identificado claramente el factor de capacidad con el símbolo k y no k' .

3.7.12.1 *Logaritmo del factor de retención*

Este término es equivalente al valor R_M utilizado en cromatografía en plano (ver 3.8.05). Se sugiere el símbolo κ para expresar el $\log k$:

$$\kappa = \log k = \log [(1 - R) / R]$$

3.7.13 *Factor de retardo (R)*

Es la fracción de un compuesto en la fase móvil en el equilibrio; está relacionado con el factor de retención y otros términos fundamentales de la cromatografía:

$$R = 1 / (k + 1)$$

3.7.14 *Retenciones relativas*

3.7.14.1 *Retención relativa (r)*

Es la relación entre el volumen (tiempo) de retención ajustado o neto, o el factor de retención de un compuesto, y los de un patrón en idénticas

condiciones:

$$r = V'_{Ri} / V'_{R(st)} = V_{Ni} / V_{N(st)} = t'_{Ri} / t'_{R(st)} = k_i / k_{st}$$

Dependiendo de la posición relativa del pico del patrón en el cromatograma, el valor de r puede ser mayor, menor o idéntico a la unidad.

3.7.14.2 Factor de separación (α)

Es el valor de la retención relativa entre dos picos próximos ($V_2 > V_1$):

$$\alpha = V'_{R2} / V'_{R1} = V_{N2} / V_{N1} = t'_{R2} / t'_{R1} = k_2 / k_1$$

Por definición, el valor del factor de separación siempre es mayor que la unidad.

Nota: El factor de separación, se llama a veces de "selectividad". El empleo de esta expresión no es recomendable.

3.7.14.3 Retención relativa no ajustada (r_G o α_G)

Es la retención relativa calculada a partir del volumen (tiempo) total de retención, en lugar del volumen (tiempo) neto de retención:

$$r_G = V_{Ri} / V_{R(st)} = t_{Ri} / t_{R(st)} = \frac{k_i + I}{k_{st} + I}$$

El subíndice G conmemora a E. Glueckauf, que fue el primero en utilizar esta expresión.

3.7.14.4 La retención relativa (r) y el factor de separación (α), se deben medir siempre en condiciones isotermas. En cambio, los valores de la retención relativa no ajustada (r_G o α_G) se pueden obtener en condiciones de temperatura programada o gradiente de elución. En tales condiciones, también se ha utilizado el símbolo RRT (*tiempo de retención relativo*) para describir los valores de retención relativos no ajustados.

Si se utilizan las mismas fases estacionaria y móvil y la misma temperatura, la retención relativa y el factor de separación son reproducibles en sistemas cromatográficos diferentes. En cambio, la retención relativa no ajustada (y "el tiempo de retención relativo") sólo son reproducibles dentro del mismo sistema cromatográfico.

3.7.15 *Índice de retención; Índice (de retención) de Kováts (I)*

El índice de retención de un compuesto es un número obtenido por una interpolación (en general, logarítmica), que relaciona el volumen (tiempo) de retención ajustado o el factor de retención de un compuesto, con los volúmenes (tiempos) ajustados de retención de dos patrones que se eluyen antes y después del pico del compuesto.

Para calcular los *Índices de Kováts* o *Índices de retención de Kováts* en cromatografía de gases, se utilizan los n-alcenos como patrones y la interpolación logarítmica:

$$I = 100 \left[\frac{\log X_i - \log X_z}{\log X_{(z+1)} - \log X_z} + z \right]$$

donde X representa los volúmenes o tiempos ajustados, z es el número de átomos de carbono del n-alceno eluido antes, y (z +1) el número de átomos de carbono del n-alceno eluido después del pico de interés:

$$V'_{Rz} < V_i < V_{R(z+1)}$$

Los *Índices (de retención) de Kováts* expresan el número de átomos de carbono (multiplicados por 100) de un hipotético n-alceno que tuviera un volumen (tiempo) de retención idéntico al del pico de interés cuando se analiza en las mismas condiciones.

Los *Índices de retención de Kováts* se calculan siempre en condiciones isotermas. En el caso de *temperatura programada en cromatografía de gases*, se puede calcular un índice similar utilizando directamente los valores, en lugar de sus logaritmos. Puesto que tanto el numerador como el denominador contienen la diferencia entre dos valores, podemos utilizar los volúmenes (tiempos) de retención totales. Se pueden llamar también *Índices de retención lineales*:

$$I^T = 100 \left[\frac{t_{Ri}^T - t_{Rz}^T}{t_{R(z+1)}^T - t_{Rz}^T} + z \right]$$

donde t^T representa los tiempos totales de retención (distancias sobre el papel) medidos en temperatura programada. El valor de I^T normalmente difiere del valor de I para el mismo compuesto medido en condiciones isotermas y utilizando las mismas fases.

3.8 PARÁMETROS DE RETENCIÓN EN CROMATOGRAFÍA EN PLANO

- 3.8.01 *Frente de la fase móvil*
Es el borde delantero de la fase móvil cuando atraviesa el medio plano. En todas las formas de desarrollo, excepto en el radial, el frente de la fase móvil es esencialmente, una línea recta paralela a la superficie de la fase móvil. Se llama también *frente líquido o frente del disolvente*.
- 3.8.02 *Distancia de la fase móvil*
Es la distancia recorrida por la fase móvil que se desplaza a lo largo del medio, desde el punto o línea de aplicación hasta el frente de la fase móvil. Es la distancia *a* en la Fig.2.
- 3.8.03 *Distancia del soluto*
Es la distancia recorrida por el soluto a lo largo del medio desde el punto o línea de aplicación hasta el centro de la mancha del soluto. Si la mancha no es circular, se toma un círculo imaginario cuyo diámetro es el eje más pequeño de la mancha. Es la distancia *b* en la Fig.2.
- 3.8.04 *Factor de retardo (R_F)*
Es la relación que existe entre la distancia recorrida por el centro de la mancha y la distancia que, simultáneamente, ha recorrido la fase móvil. Si utilizamos los símbolos de la Fig. 2:

$$R_F = b/a$$

Por definición los valores de R_F son siempre menores que la unidad. Normalmente se dan con dos cifras decimales. Para simplificar, se pueden utilizar los valores $100R_F$ que corresponderían a los R_F multiplicado por 100.

Idealmente, los valores de R_F son idénticos a los de R (3.7.13).

- 3.8.05 *Parámetro R_M*
Es una función logarítmica de los valores R_F :

$$R_M = \log \frac{1 - R_F}{R_F} = \log \left[\frac{1}{R_F} - 1 \right]$$

3.8.06 Retardo relativo (R_{rel})

Este término es equivalente al de retención relativa utilizado en cromatografía en columna: es la relación entre los valores de R_F de un compuesto con respecto a los valores de R_F de una sustancia patrón de referencia. Puesto que el frente de la fase móvil es común para los dos compuestos, el valor de R_{rel} se puede expresar directamente como la relación entre las distancias recorridas por la mancha del compuesto de interés (b_i) y la sustancia de referencia (b_{st}), respectivamente:

$$R_{rel} = R_{F(i)} / R_{F(st)} = b_i / b_{st}$$

Nota: En anteriores nomenclaturas se ha utilizado el símbolo R_s para expresar el retardo relativo en cromatografía en plano. Puesto que el símbolo que se utiliza para expresar la resolución entre picos es el mismo (3.10.01), se sugiere utilizar el símbolo R_{rel} para el retardo relativo en cromatografía en plano.

3.9. CONSTANTES DE DISTRIBUCIÓN

La constante de distribución es la concentración de un compuesto en o sobre la fase estacionaria, dividida por su concentración en la fase móvil. Puesto que en cromatografía un compuesto puede estar presente en más de una forma (por ejemplo, formas asociadas y disociadas), las condiciones analíticas utilizadas aquí, se refieren a la cantidad total presente, sin tener en cuenta la existencia de varias formas.

Estos términos también se llaman *coeficientes de distribución*. Sin embargo, el anterior se aproxima más al utilizado por la ciencia en general.

La concentración en la fase móvil se calcula siempre por unidad de volumen de fase. Según el modo en que se exprese la concentración en la fase estacionaria, pueden existir varias formas de constantes de distribución.

3.9.01 Constante de Distribución (K_c)

En el caso general, la concentración en la fase estacionaria se expresa en relación al volumen de fase. Este término se aplica fundamentalmente a la cromatografía de reparto con una fase estacionaria líquida, aunque también se puede utilizar con una fase estacionaria sólida:

$$K_c = \frac{W_{i(S)} / V_S}{W_{i(M)} / V_M}$$

donde $W_{i(S)}$ y $W_{i(M)}$ son las cantidades del compuesto i en las fases

estacionaria y móvil, mientras que V_S y V_M son los volúmenes de las fases estacionaria y móvil, respectivamente.

Se recomienda el uso del término *constante de distribución* y del símbolo K_c , con preferencia al de *coeficiente de reparto* que se ha venido utilizando en cromatografía de reparto con una fase estacionaria líquida.

El valor de K_c está relacionado con el volumen de retención (V_R) de un compuesto y los volúmenes de las fases estacionaria (V_S) y móvil (V_M) en la columna:

$$V_R = V_M + K_c V_S$$

En cromatografía de gases, tanto V_R como V_M deben ser corregidos por la compresibilidad del gas: así, se utilizará V_R^o (ver 3.7.08) en lugar de V_R , y $V_G = V_R^o$ (ver 3.2.11.2) en lugar de V_M

$$V_R^o = V_G + K_c V_S$$

3.9.02 *Constante de distribución (K_g)*

En el caso de una fase estacionaria sólida, la constante de distribución se puede expresar en relación a la masa (peso) de la fase sólida seca:

$$K_g = \frac{W_{i(S)} / W_S}{W_{i(M)} / V_M}$$

donde $W_{i(S)}$ y $W_{i(M)}$ son las cantidades (masas) del compuesto i en las fases estacionaria y móvil, respectivamente, W_S es la masa (peso) de la fase estacionaria seca y V_M es el volumen de la fase móvil en la columna.

3.9.03 *Constante de Distribución (K_s)*

En el caso de la cromatografía de adsorción, con un adsorbente bien caracterizado y de superficie conocida, la concentración en la fase estacionaria se puede expresar en relación con la superficie.

$$K_s = \frac{W_{i(S)} / A_S}{W_{i(M)} / V_M}$$

donde $W_{i(S)}$ y $W_{i(M)}$ son las cantidades (masas) del compuesto i en las fases estacionaria y móvil respectivamente, A_S es el área de la superficie de la fase estacionaria, y V_M es el volumen de fase móvil en la columna.

Nota: Los símbolos utilizados desde el punto 3.9.01 hasta el 3.9.03 son de validez general.

3.10 TÉRMINOS QUE EXPRESAN LA EFICACIA DE LA SEPARACIÓN

- 3.10.01 *Resolución (R_s)*
Es la separación entre dos picos con relación a la media de sus anchuras en la base ($t_{R2} > t_{R1}$):

$$R_s = \frac{(t_{R2} - t_{R1})}{(w_{b1} + w_{b2}) / 2} = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{w_{b1} + w_{b2}}$$

En el caso de dos picos próximos, se puede suponer que $w_{b1} \approx w_{b2}$, por lo que la resolución puede expresarse como:

$$R_s \approx (t_{R2} - t_{R1}) / w_{b2}$$

- 3.10.02 *Número de separación (SN)*
Expresa el número de picos que se pueden resolver en la parte del cromatograma comprendida entre los picos de dos n-alcenos consecutivos con z y $(z+1)$ átomos de carbono:

$$SN = \frac{t_{R(z+1)} - t_{Rz}}{w_{hz} + w_{h(z+1)}} - 1$$

En la bibliografía alemana, es frecuente encontrar el símbolo TZ (*Trennzahl*) para expresar el número de separación.

Puesto que el número de separación depende de los n-alcenos utilizados para el cálculo, es preciso especificarlos para cualquier valor dado de SN.

- 3.10.03 *Número de platos (N)*
Es un número que indica las prestaciones de la columna y se calcula a partir de las siguientes ecuaciones, las cuales dependen de la anchura de

pico que se seleccione (ver 3.3.07) :

$$N = (V_R / \sigma)^2 = (t_R / \sigma)^2$$

$$N = 16 (V_R / w_b)^2 = 16 (t_R / w_b)^2$$

$$N = 5.545 (V_R / w_h)^2 = 5.545 (t_R / w_h)^2$$

El valor 5.545 corresponde a $8 \ln 2$ (ver 3.3.07.4). Esta expresión supone un pico gaussiano (simétrico).

En estas expresiones, las unidades de las cantidades entre paréntesis deben ser coherentes puesto que su relación es adimensional; por ejemplo, si el numerador es un volumen, la anchura del pico se debe expresar también en unidades de volumen.

Nota: En anteriores nomenclaturas se ha utilizado la expresión "número de platos teóricos". Para simplificar se recomienda utilizar el presente nombre.

3.10.04 *Número de platos efectivos (N_{eff})*

Es un número que indica las prestaciones de la columna, y se calcula a partir del volumen (tiempo) de retención ajustado, en vez del volumen (tiempo) de retención total:

$$N_{eff} = (V / \sigma)^2 = (t'_R / \sigma)^2$$

$$N_{eff} = 16 (V'_R / w_b)^2 = 16 (t'_R / w_b)^2$$

$$N_{eff} = 5.545 (V'_R / w_h)^2 = 5.545 (t'_R / w_h)^2$$

El número de platos y el número de platos efectivos se relacionan de la siguiente manera:

$$N = N_{eff} \left[\frac{k+1}{k} \right]^2$$

donde k es el factor de retención (ver 3.7.12).

Nota: Con anterioridad, se ha utilizado la expresión "número de platos teóricos efectivos" para designar este término. Es incorrecto, pues los términos "teórico" y "efectivo" son excluyentes.

En nomenclaturas anteriores se han empleado los símbolos n y N para el número de platos y el número de platos efectivos, respectivamente. Sin embargo, la confusión que se puede originar con la elección de las letras mayúscula y minúscula, hace recomendable la utilización del presente símbolo que caracteriza el número de platos efectivos con un subíndice.

3.10.05 *Altura de plato (H)*

Es la longitud de la columna dividida por el número de platos

$$H = L/N$$

Se denomina también *altura equivalente a un plato teórico. (HETP)*

3.10.06 *Altura de plato efectivo (H_{eff})*

Es la longitud de la columna dividida por el número de platos efectivos:

$$H_{eff} = L/N_{eff}$$

Se denomina también *altura equivalente a un plato efectivo.*

Nota: Con anterioridad, se ha utilizado la expresión "altura equivalente a un plato teórico efectivo" para designar este término. Es incorrecto, puesto que el plato es o bien teórico o bien efectivo, pero no ambos a la vez (ver 3.10.04)

En anteriores nomenclaturas, se han utilizado los símbolos h y H para designar la altura de plato y la altura de plato efectivo, respectivamente. Sin embargo, debido a la confusión que se crea con frecuencia en la elección de las letras mayúscula o minúscula y al hecho de que h (letra en minúscula) se emplea también para expresar la altura de plato reducida (ver 3.10.07), se recomienda la utilización presente.

- 3.10.07 *Altura de plato reducida (h)*
Es un término que se utiliza en cromatografía de líquidos. Es la relación entre la altura de plato y el diámetro medio de partícula:

$$h = H/d_p$$

Para columnas abiertas:

$$h = H/d_c$$

4. TÉRMINOS RELACIONADOS CON LA DETECCIÓN

4.1 CLASIFICACIÓN DE LOS DETECTORES

- 4.1.01 *Clasificación según la forma de la respuesta*
- 4.1.01.1 *Detectores diferenciales*
Miden continuamente las variaciones de composición del efluente
- 4.1.01.2 *Detectores integrales*
Miden de forma acumulativa la composición del efluente.
- 4.1.02 *Clasificación según el tipo de medida*
- 4.1.02.1 *Detector sensible a la concentración*
La respuesta del mismo es proporcional a la concentración del compuesto en el eluyente.
- 4.1.02.2 *Detector sensible al flujo másico*
La respuesta del mismo es proporcional a la cantidad del compuesto que llega al detector por unidad de tiempo.
- 4.1.03 *Clasificación según la selectividad del detector*
- 4.1.03.1 *Detector universal*
Es un detector que responde a todos los componentes del efluente de la columna, excepto a la fase móvil.

- 4.1.03.2 *Detector selectivo*
Es un detector que responde a un grupo amplio de compuestos en el efluente de la columna.
- 4.1.03.3 *Detector específico*
Es un detector que responde a un sólo compuesto o a un número limitado de compuestos con características químicas similares.

4.2 RESPUESTA DEL DETECTOR

- 4.2.01 *Sensibilidad del detector (S)*
Es la señal de salida por unidad de concentración o unidad de masa de una sustancia en la fase móvil que entra en el detector.
- 4.2.01.1 Para calcular la sensibilidad de un detector, la señal de salida se da como el área del pico en mV.min, A.s o AU.min (AU = unidad de absorbancia). Estos valores se obtienen del valor *integrado* del área del pico convertido en las unidades especificadas.

Como alternativa, el área del pico se puede obtener multiplicando la altura del pico en el máximo (en mV, A o AU) por su anchura a mitad de la altura (en unidades de tiempo). El área del pico calculada de esta forma, será un 6% menor que el área verdadera, suponiendo que el pico es gaussiano.

- 4.2.01.2 En el caso de *detectores sensibles a la concentración*, la sensibilidad se calcula por unidad de concentración en la fase móvil:

$$S = A_i F_c / W_i = E / C_i$$

donde A_i es el área del pico integrado (en mV.min o AU.min), E es la altura del pico (en mV o AU), C_i es la concentración de un compuesto en la fase móvil cuando alcanza el detector (en g.cm⁻³), F_c es el flujo de fase móvil en la columna, corregido a la temperatura de la columna (en cm³.min⁻¹), y W_i es la masa (cantidad) del compuesto (en mg). Las dimensiones de la sensibilidad del detector son mV.cm³.mg⁻¹ o AU.cm³.mg⁻¹.

En el caso de detectores de conductividad térmica estos valores se denominan a veces sensibilidad de *Dimbat-Porter-Stross*.

- 4.2.01.3 En el caso de *detectores sensibles al flujo másico*, la sensibilidad se calcula por unidad de masa de la sustancia en la fase móvil que entra en el detector:

$$S = A_i / W_i = E_i / M_i$$

donde A_i es el área del pico integrado (A.s), E_i es la altura del pico (en A), M_i es el flujo másico de la sustancia que entra en el detector por unidad de tiempo (en g.s⁻¹), y W_i es la masa (cantidad) de la sustancia (en g). Las dimensiones de la sensibilidad del detector son A.s.g⁻¹ o C.g⁻¹.

- 4.2.02 *Factor de respuesta relativo del detector (f)*

El factor de respuesta relativo del detector expresa la sensibilidad de un detector con relación a una sustancia patrón. Se puede expresar en función de una igualdad de masas, volúmenes o número de moles.

$$f_i = (A_i / A_{st}) f_{st}$$

donde A es el área del pico de interés (subíndice i) y del patrón (subíndice st), respectivamente, y f_{st} es el factor de respuesta del compuesto patrón. Normalmente se asigna un valor arbitrario a f_{st} (por ejemplo, 1 o 100). Cuando se expresa la respuesta relativa molar y se emplean n-alcanos como patrones, el valor de f_{st} es el de números de átomos de carbono de los n-alcanos multiplicado por 100 (por ejemplo, 600 para el n-hexano).

4.3 RUIDO Y DERIVA

- 4.3.01 *Ruido (N)* (ver Fig. 4)

Es la amplitud expresada en voltios, amperios, o unidades de absorbancia de la envolvente de la línea base que incluye todas las variaciones aleatorias del detector, cuya frecuencia es del orden de 1 o más ciclos por minuto. En el caso de un detector fotométrico, la amplitud se puede expresar en unidades de absorbancia por unidad de longitud de célula.

- 4.3.02 *Deriva* (ver Fig.4)

Es la pendiente media de la envolvente del ruido, expresada en voltios, amperios o unidades de absorbancia, por hora. Se puede medir durante media hora y extrapolar a una hora

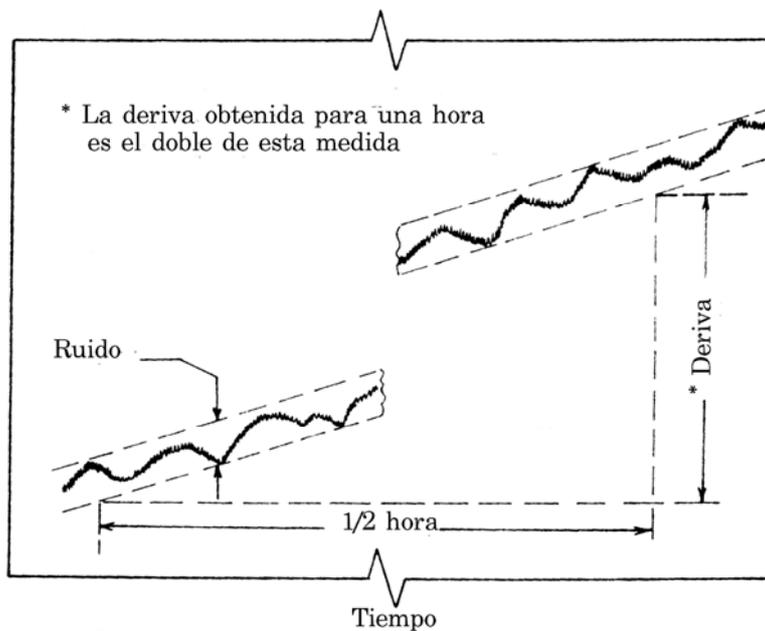


Figura 4.- Medida del ruido y deriva de un detector

4.4 CANTIDAD MÍNIMA DETECTABLE

Es la concentración o flujo másico de un componente de la muestra en la fase móvil que produce una señal de doble magnitud que el ruido. Se puede calcular con los datos de sensibilidad (S) y ruido (N):

$$D = 2N/S$$

donde D es la cantidad mínima detectable, expresada como concentración o flujo másico de la sustancia de interés en la fase móvil cuando llega al detector. Tanto la sensibilidad como la cantidad mínima detectable se deben calcular con la misma sustancia.

4.5 RANGOS LINEAL Y DINÁMICO

4.5.01 *Rango lineal*

4.5.01.1 El rango lineal de un detector cromatográfico es el intervalo de concentración o flujo másico de una sustancia en la fase móvil, dentro del cual la sensibilidad del detector es constante, con una variación determinada, normalmente ± 5 por ciento.

4.5.01.2 La mejor forma de presentar el rango lineal de un detector es con un gráfico de linealidad (ver Fig.5), en el que se representa la sensibilidad del detector frente a la cantidad inyectada, concentración o flujo másico. El límite superior de linealidad se puede establecer gráficamente como la cantidad, concentración o flujo másico, en el cual la desviación excede del valor de variación especificado ($\pm x$ % de la variación especificada). El límite inferior de linealidad es siempre la cantidad mínima detectable del mismo compuesto.

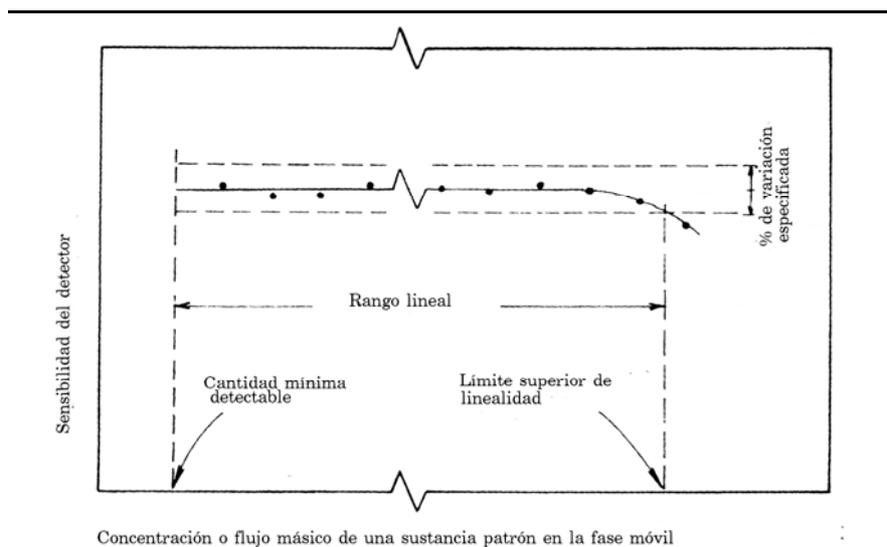
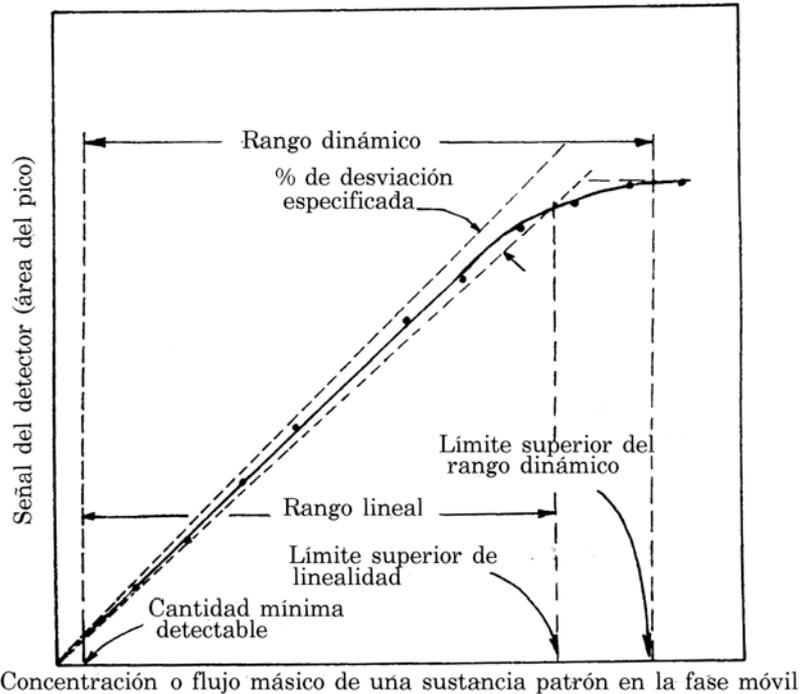


Figura 5.-Gráfico de linealidad de un detector. La escala de ordenadas es lineal: la escala de abscisas puede ser tanto lineal como logarítmica.

- 4.5.01.3 El rango lineal de un detector puede igualmente representarse como el área (altura) del pico frente a concentración o flujo másico del efluente de la columna, en el detector (ver Fig. 6). Esta representación puede ser tanto lineal como log/log. El límite superior de linealidad es la concentración (flujo másico) a la cual la desviación del trazo de una linealidad ideal es mayor que el porcentaje de desviación especificada ($\pm \times \%$).
- 4.5.01.4 Numéricamente, el rango lineal se puede expresar como la relación entre el límite superior de linealidad obtenida del gráfico de linealidad y la cantidad mínima detectable, ambas medidas para la misma sustancia.
- 4.5.01.5 Cuando se presenta el rango lineal de un detector, tanto en un gráfico como con sus valores numéricos, se debe indicar la sustancia patrón, la cantidad mínima detectable, y la desviación especificada.

Figura 6.- Determinación de los rangos lineal y dinámico de un detector. La



representación se hace generalmente en escala doble logarítmica.

- 4.5.02 *Rango dinámico*
- 4.5.02.1 El rango dinámico de un detector es el intervalo de concentración o flujo másico de una sustancia dentro del cual un incremento en la concentración o en el flujo másico, produce un incremento en la señal del detector. La Fig. 6 muestra el gráfico utilizado para la determinación del rango dinámico de un detector.
- 4.5.02.2 El límite inferior del rango dinámico es la cantidad mínima detectable. El límite superior es la concentración (flujo másico) más alta en la que cualquier aumento posterior aún producirá un incremento observable en la sensibilidad del detector. El rango dinámico es mayor que el lineal.
- 4.5.02.3 Numéricamente, el rango dinámico se puede expresar como la relación entre el límite superior del rango dinámico obtenido en el gráfico y la cantidad mínima detectable, ambos para la misma sustancia.
- 4.5.02.4 Cuando se expresa el rango dinámico de un detector se debe indicar la sustancia patrón, y la cantidad mínima detectable.

5. TERMINOLOGÍA ESPECIAL UTILIZADA EN CROMATOGRAFÍA DE INTERCAMBIO (CAMBIO) IÓNICO

Los términos y definiciones generales comentados en los capítulos anteriores son también válidos para la cromatografía de intercambio iónico. Los siguientes términos y definiciones son específicos de esta variante de la técnica.

5.1 DEFINICIONES BÁSICAS

- 5.1.01 *Intercambio iónico*
Es el proceso por el que se intercambian iones entre una disolución y un intercambiador de iones.
- 5.1.02 *Contra-iones*
Son los iones móviles intercambiables en un intercambiador de iones.

- 5.1.03 *Iones fijos*
Son los iones no intercambiables con carga opuesta a la de los contra-iones, en un intercambiador de iones.
- 5.1.04 *Isoterma de intercambio iónico*
Es la concentración de un contra-ión en un intercambiador de iones, expresado en función de su concentración en la solución externa, bajo condiciones específicas y a temperatura constante.
- 5.1.05 *Sorción*
Es la capacidad del intercambiador de iones para tomar electrolitos y no electrolitos, a través de otros mecanismos que no sean los de intercambio de iones propiamente dichos.
- 5.1.06 *Isoterma de sorción*
Es la concentración de una especie sorbida en el intercambiador de iones, expresada en función de su concentración en la solución externa, en condiciones especificadas y a temperatura constante.
- 5.1.07 *Grupos ionizables*
Son agrupamientos fijos en un intercambiador de iones que pueden estar ionizados o ser capaces de disociarse en iones fijos y contra-iones móviles.
- 5.1.08 *Co-iones*
Son las especies iónicas móviles en un intercambiador con una carga del mismo signo que la de los iones fijos.
- 5.1.09 *Intercambio de cationes*
Es el proceso por el que se intercambian cationes entre una disolución y un intercambiador de cationes.
- 5.1.10 *Intercambio de aniones*
Es el proceso por el que se intercambian aniones entre una disolución y un intercambiador de aniones.

5.2 LA FASE MÓVIL

- 5.2.01 *Disolvente*
Es el término utilizado clásicamente en el intercambio de iones para expresar la fase móvil.

- 5.2.02 *Disolución externa*
Es la disolución que está en contacto con el intercambiador de iones y que contiene las especies ionizadas antes y después del intercambio con el intercambiador de iones.

5.3 EL MEDIO CROMATOGRÁFICO

- 5.3.01 *Intercambiador de iones*
Es una sustancia sólida o líquida, orgánica o inorgánica, que contiene iones intercambiables con otros de la misma carga, en una disolución en la cual el intercambiador de iones se considera insoluble.

Nota: Hay que reconocer, que en algunas ocasiones en las que se utilizan intercambiadores líquidos, es difícil distinguir si el proceso de separación se debe a un intercambio de iones o a una distribución líquido-líquido; sin embargo, la definición básica dada aquí se puede considerar como la más apropiada.

- 5.3.01.1 *Matriz de resina*
Es la red molecular de un intercambiador de iones que contiene los grupos ionizables.
- 5.3.01.2 *Intercambiador de iones monofuncional*
Es un intercambiador de iones que contiene un sólo tipo de grupos ionizables.
- 5.3.01.3 *Intercambiador de iones bifuncional*
Es un intercambiador de iones que contiene dos tipos de grupos ionizables.
- 5.3.01.4 *Intercambiador de iones polifuncional*
Es un intercambiador de iones que contiene más de un tipo de grupos ionizables.
- 5.3.01.5 *Intercambiador de iones macroporoso*
Es un intercambiador de iones cuyos poros son grandes en comparación con las dimensiones atómicas.
- 5.3.01.6 *Forma salina de un intercambiador de iones*
Es la forma iónica de un intercambiador en el cual los contra-iones no son ni iones hidrógeno ni hidroxilo. Cuando el contra-ión sólo puede tener una valencia, o no se conoce su carga, se utiliza el símbolo o

nombre del contra-ión sin carga. Por ejemplo, forma sodio o forma Na, forma tetrametilamonio, forma ortofosfato. Cuando sólo está presente una de las varias formas posibles, se puede indicar el estado de oxidación con números romanos. Por ejemplo, forma Fe^{II} o forma Fe^{III}.

- 5.3.01.7 *Polímeros redox*
Son polímeros con grupos funcionales tales que pueden ser reducidos u oxidados reversiblemente. Se puede emplear como sinónimo la expresión *intercambiador de electrones*.
- 5.3.01.8 *Intercambiador redox de iones*
Es un intercambiador de iones convencional, en el cual se han introducido parejas redox reversibles como contra-iones, bien por sorción o bien por formación de complejos. En su comportamiento se asemeja mucho a los polímeros redox.
- 5.3.02 *Intercambiador de cationes.*
Es un intercambiador de iones que tiene cationes como contra-iones. La expresión *resina intercambiadora de cationes* se puede emplear cuando se utilizan polímeros orgánicos sólidos.
- 5.3.02.1 *Forma ácida de un intercambiador de cationes*
Es la forma iónica de un intercambiador de cationes, en el cual los contra-iones son iones hidrógeno (forma H), o los grupos ionizables han captado un protón para formar un ácido no disociado.
- 5.3.03 *Intercambiador de aniones*
Es un intercambiador de iones con aniones como contra-iones. La expresión *resina intercambiadora de aniones*, se puede emplear cuando se utilizan polímeros orgánicos sólidos.
- 5.3.03.1 *Forma básica de un intercambiador de aniones*
Es la forma iónica de un intercambiador de aniones, en el cual los contra-iones son grupos hidroxilo (forma OH), o los grupos ionizables forman una base sin carga, por ej.,- NH₂ .
- 5.3.04 *Membrana de intercambio iónico*
Es una lámina delgada o película de un material intercambiador de iones utilizada para separar iones, pues permite pasar preferentemente o bien a los cationes (en el caso de una *membrana intercambiadora de cationes*), o bien a los aniones (en el caso de una *membrana de intercambio de aniones*). Si la membrana está hecha únicamente con material intercambiador de

iones, se llama *membrana homogénea de intercambio iónico*. Si el material intercambiador está embebido en una matriz inerte, se llama *membrana heterogénea de intercambio iónico*.

- 5.3.04.1 *Permeabilidad selectiva*
Es un término utilizado para definir el paso preferente de ciertas especies iónicas a través de membranas intercambiadoras de iones.
- 5.3.05 *Relación peso-hinchamiento en un disolvente*
Es la masa de disolvente absorbida por unidad de masa del intercambiador de iones seco. El disolvente se debe especificar siempre.
- 5.3.06 *Relación volumen-hinchamiento*
Es la relación entre el volumen hinchado escurrido, y el volumen en seco del intercambiador de iones.

5.4 MEDIDAS DE CAPACIDAD

- 5.4.01 *Capacidad específica teórica*
Es la cantidad (mmol) de grupos ionizables por masa (g) del intercambiador de iones seco. Si no se establece de otra manera, la capacidad se debe dar como masa (g) de la forma H de un intercambiador de cationes y de la forma Cl⁻ de un intercambiador de aniones.
- 5.4.02 *Capacidad por volumen (Q_V)*
Es la capacidad (mmol) de grupos ionizables por volumen (cm³) del intercambiador de iones hinchado. Se debe indicar la forma iónica del intercambiador y el medio.
- 5.4.03 *Capacidad por volumen del lecho*
Es la cantidad (mmol) de grupos ionizables por volumen del lecho (cm³) (ver 3.2.06), determinada bajo condiciones que deben siempre especificarse.
- 5.4.04 *Capacidad específica práctica (Q_A)*
Es la cantidad total de iones (mmol) absorbidos por unidad de masa (g) del intercambiador seco, en determinadas condiciones. Estas condiciones se deben especificar siempre.
- 5.4.05 *Capacidad del lecho cromatográfico a nivel de saturación (Q_B)*
Es la capacidad práctica de un lecho intercambiador, obtenida experimentalmente al pasar por una columna que contiene el

intercambiador, una disolución con unas determinadas especies iónicas o moleculares. Se realiza en unas condiciones determinadas, y se obtiene midiendo la cantidad absorbida de especies cuando éstas se empiezan a detectar en el efluente o cuando la concentración en el efluente alcanza un valor arbitrario definido previamente. La capacidad de saturación del lecho intercambiador se puede expresar en milimoles o miligramos absorbidos por gramo del intercambiador seco, o por cm³ de volumen del lecho.

5.5 DIFUSIÓN, SELECTIVIDAD Y SEPARACIÓN

- 5.5.01 *Coefficiente de difusión en el intercambiador de iones (D_{ex})*
 El significado de este término es el mismo que el expresado en los apartados 3.4.01- 3.4.02.
- 5.5.02 *Coefficiente de selectividad ($k_{A/B}$)*
 Es el coeficiente de equilibrio obtenido al aplicar la ley de acción de masas a un intercambio iónico, y caracterizar cuantitativamente la capacidad del intercambiador para seleccionar uno de los iones presentes en la misma disolución. Los iones implicados en el intercambio se deben especificar con subíndices.
 Ejemplos:

Intercambio : Mg²⁺ - Ca²⁺

$$k_{Mg/Ca} = \frac{[Mg]_S / [Ca]_S}{[Mg]_M / [Ca]_M}$$

Intercambio: SO₄²⁺ - Cl⁻

$$k_{SO_4/Cl} = \frac{[SO_4]_S / [Cl]_S^2}{[SO_4]_M / [Cl]_M^2}$$

En las ecuaciones anteriores, el subíndice S se refiere al intercambiador de iones ("fase estacionaria") y M a la disolución externa ("fase móvil"). En intercambios en que están implicados contra-iones con diferente carga, el valor numérico de $k_{A/B}$ depende de las escalas de concentración elegidas para el intercambiador y la disolución externa (molal, molar,

fracción molar, etc). Las unidades de la concentración se deben indicar claramente para un intercambio de iones con cargas diferentes.

5.5.03 *Coefficiente de selectividad corregido ($K_{A/B}^a$)*

Se calcula de la misma forma que el coeficiente de selectividad, salvo que se sustituyen concentraciones por actividades en la disolución externa.

5.5.04 *Factor de separación ($a_{A/B}$)*

La definición de este término es idéntica a la dada en el apartado 3.7.14.2. En un intercambio de contra iones de la misma carga, el factor de separación es igual al coeficiente de selectividad (ver 5.5.01) siempre que intervenga un solo tipo de ión (por ejemplo, en intercambios de K^+ y Na^+), pero no en sistemas en los que intervengan varias especies individuales.

5.6 CONSTANTES DE DISTRIBUCIÓN

La *constante de distribución* es la concentración de un compuesto en el intercambiador de iones (fase estacionaria), dividido por su concentración en la disolución externa (fase móvil). La concentración en la disolución externa se calcula siempre por unidad de volumen. Según la manera de expresar la concentración en el intercambiador, se distinguen tres formas de constantes de distribución. En los apartados 5.6.01 - 5.6.03, $W_{i(IE)}$ y $W_{i(sol)}$ son las cantidades del compuesto i en el intercambiador de iones y en la disolución externa; V_{SIE} y V_{DIE} son los volúmenes del intercambiador hinchado y seco, respectivamente, y $V_{(sol)}$ es el volumen de la disolución externa.

5.6.01 *Constante de distribución (K_c)*

En este caso, la concentración en el intercambiador de iones se calcula como masa (peso) /volumen y se refiere al intercambiador de iones hinchado.

$$K_c = \frac{W_{i(IE)} / V_{(SIE)}}{W_{i(sol)} / V_{(sol)}}$$

5.6.02 *Constante de distribución (K_g)*

En este caso, la concentración en el intercambiador se calcula como masa/masa (peso/peso) y se refiere al intercambiador seco.

$$K_g = \frac{W_{i(IE)} / W_{(DIE)}}{W_{i(sol)} / V_{(sol)}}$$

- 5.6.03 *Constante de distribución (K_v)*
 En este caso, la concentración en el intercambiador se calcula como volumen/volumen, y se refiere al intercambiador seco.

$$K_v = \frac{V_{i(IE)} / V_{(DIE)}}{W_{i(sol)} / V_{(sol)}}$$

Si la *densidad del lecho* es ρ , expresada en gramos de resina seca por cm^3 de lecho, entonces:

$$K_v = K_g \rho$$

6. TERMINOLOGÍA ESPECIAL EMPLEADA EN CROMATOGRAFÍA DE EXCLUSIÓN

En cromatografía de exclusión, además de los términos y definiciones generales de la cromatografía, existen algunos términos especiales. Por otra parte, y debido a la diferente naturaleza de la separación cromatográfica, algunos de los términos generales tienen aquí un significado diferente. Para una mejor comprensión de alguno de ellos, véase la Fig. 7.

A continuación, únicamente se presentan los términos propiamente cromatográficos. Para una discusión de los términos de pesos moleculares calculados a partir de los datos cromatográficos, véanse nomenclaturas especializadas (por ejemplo 15 - 18).

6.1 LA COLUMNA

- 6.1.01 *Volumen interpartícula de la columna (V_o)*
 Es el volumen de la columna en los intersticios de las partículas del gel. Se llama también *volumen intersticial* de la columna.
 En cromatografía de exclusión, el volumen interpartícula es igual al volumen de retención de un compuesto no retenido; sin embargo, no es igual al volumen total de fase móvil en la columna (V_t ; ver 6.1.03). Ello

se debe a que en la práctica, las moléculas de fase móvil son siempre menores que los poros más pequeños del relleno de la columna. Por esta razón, entrarán en todos los poros accesibles del relleno y por consiguiente se eluirán más tarde. Por el contrario, en la cromatografía de líquidos general el volumen total y el volumen de retención de un compuesto no retenido, son prácticamente iguales.

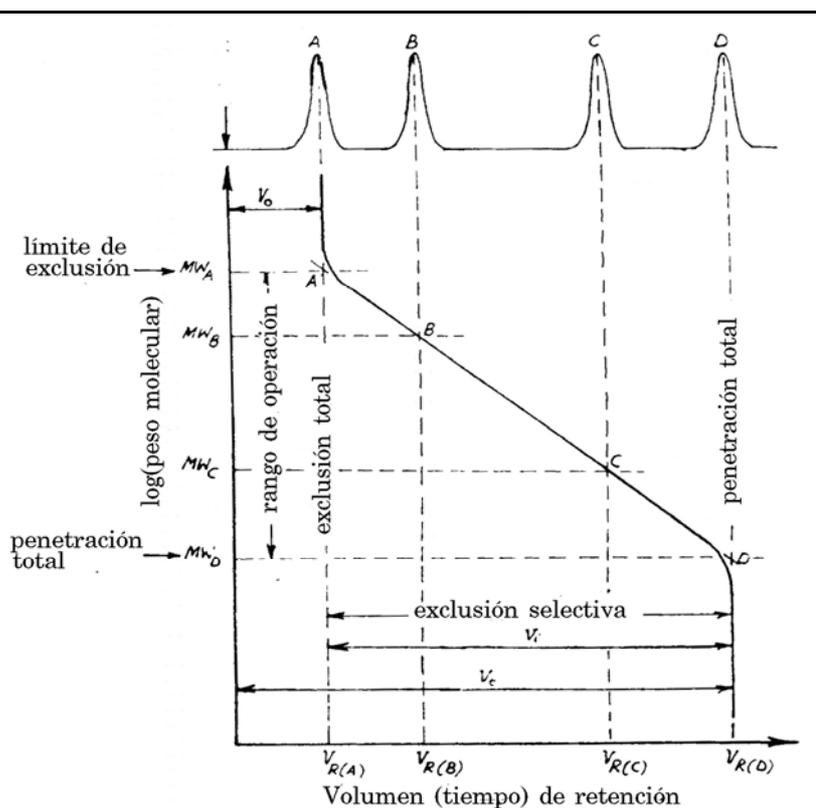


Figura 7. Características de la retención en cromatografía de exclusión. Análisis de una muestra patrón (parte superior); más abajo se representan los volúmenes (tiempos) de retención frente a los logaritmos de los correspondientes pesos moleculares; el pico A corresponde a un componente no retenido, cuyas moléculas son mayores que los poros más grandes de las partículas del gel (exclusión total); el pico D, a un componente cuyas moléculas son menores que los poros más pequeños de las partículas del gel (penetración total).

- 6.1.02 *Volumen intrapartícula de la columna (V_i)*
Es el volumen que ocupa la fase móvil dentro de los poros de las partículas del gel. Se llama también *volumen intrasticial* de la columna, o *volumen estacionario de la fase móvil*.

El tiempo de retención equivalente a V_i es t_i :

$$t_i = V_i / F_c$$

- 6.1.03 *Volumen total de fase móvil (V_t)*
Es la suma de los volúmenes inter e intrapartícula:

$$V_t = V_o + V_i$$

En la definición de V_t , el volumen extra columna del sistema (V_{ext} ver 3.2.13) se desprecia; si no fuera así, se debería añadir:

$$V_t = V_o + V_i + V_{ext}$$

6.2 PARÁMETROS DE RETENCIÓN

- 6.2.01 *Volumen (tiempo) de retención de un compuesto no retenido (V_o, t_o)*
Es el volumen de retención de un compuesto cuyas moléculas son mayores que los poros más grandes de las partículas del gel. Será pues el primer componente en eluirse. Su correspondiente tiempo de retención es t_o :

$$t_o = V_o / F_c$$

Si se desprecia cualquier volumen extra-columna, V_o será igual al volumen interpartícula de la columna (ver 6.1.01)

- 6.2.02 *Volumen (tiempo) de retención (V_R, t_R)*
Es el volumen (tiempo) de un compuesto cuyas moléculas son más pequeñas que los poros más grandes de las partículas del gel, pero mayores que los poros más pequeños. El tiempo de retención correspondiente es t_R :

$$t_R = V_R / F_c$$

- 6.2.03 *Volumen (tiempo) de retención ajustado (V'_R, t'_R)*
Es el volumen (tiempo) de retención menos el volumen de retención de un compuesto no retenido:

$$V'_R = V_R - V_o$$

El tiempo de retención correspondiente es t'_R :

$$t'_R = t_R - t_o = V'_R / F_c = (V_R - V_o) / F_c$$

6.2.04 *Volumen (tiempo) total de fase móvil (V_t, t_t)*

Es el volumen (tiempo) de retención de un compuesto cuyas moléculas son menores que los poros más pequeños de las partículas del gel. El tiempo de retención correspondiente es t_t :

$$t_t = V_t / F_c$$

6.2.05 *Factor de retención (k_e)*

Es la relación entre el volumen (tiempo) de retención ajustado y el volumen (tiempo) de retención de un compuesto no retenido.

$$k_e = \frac{V_R - V_o}{V_o} = \frac{t_r - t_o}{t_o}$$

también se puede llamar *factor de capacidad*. Sin embargo, la expresión antes indicada define mejor su significado real (ver 3.7.12)

6.2.06 *Constante de distribución en cromatografía de exclusión (K_o)*

Es la fracción del volumen intrapartícula (volumen de los poros) accesible por difusión, a las moléculas de un determinado compuesto:

$$K_o = \frac{V_R - V_o}{V_i}$$

Para un compuesto no retenido $V_R = V_o$, por lo que $K = 0$. Por otro lado, para un compuesto cuyas moléculas son menores que los poros más pequeños, $V_R = V_t$ por lo que $K_o = 1$. En otras palabras, el valor de K_o varía entre cero y la unidad. En cromatografía de exclusión, K_o está relacionado con el volumen de retención de un compuesto y los volúmenes inter e intrapartícula de la columna (V_o y V_i , respectivamente), de forma análoga a la cromatografía de líquidos en general (ver 3.9.01) :

$$V_R = V_o + K_o V_i$$

6.3 TÉRMINOS DE EFICACIA

6.3.01 Resolución ($R_{1/2}$)

La definición de éste término es idéntica a la dada en el apartado 3.10.01 :

$$R_{1/2} = \frac{V_{R1} - V_{R2}}{(w_{b1} + w_{b2}) / 2}$$

Aquí, V_{R1} y V_{R2} representan a los picos correspondientes a compuestos cuyas masas moleculares son M_1 y M_2 , respectivamente; por definición $M_2 > M_1$. En cromatografía de exclusión las moléculas más grandes se eluyen primero, por lo que $V_{R1} > V_{R2}$.

Al añadirse un nuevo término, el de resolución específica (ver 6.3.02), se recomienda el símbolo $R_{1/2}$ para expresar la resolución en cromatografía de exclusión.

6.3.02 Resolución específica (R_{sp})

Es la resolución que considera, además, las masas moleculares de los dos compuestos patrón:

$$R_{sp} = \frac{V_{R1} - V_{R2}}{(w_{b1} + w_{b2}) / 2} \frac{1}{\log(M_2 / M_1)}$$

Los compuestos patrón utilizados para la determinación de la resolución específica deben tener una distribución estrecha de masas moleculares (la relación entre la masa molecular promedio en número, y la masa molecular promedio en masa, debe ser menor o del orden de 1,1) y diferir por un factor de 10 en sus masas moleculares.

Nota: En algunas nomenclaturas se utiliza el símbolo R_s para expresar la resolución específica. Debido a la posibilidad de confundirlo con el término general de la resolución (ver 3.10.01), se recomienda el símbolo R_{sp} .

6.3.03 Número de platos y altura de plato (N, H)

Las definiciones de estos términos son idénticas a las dadas en 3.10.03 y 3.10.05.

- 6.3.04 *Número de platos efectivos y altura de plato efectivo (N_{eff} , H_{eff})*
Las definiciones de estos términos son idénticas a las dadas en 3.10.04 y 3.10.06, excepto que para calcularlos, se utiliza el volumen de retención de un compuesto no retenido (V_o ; ver 6.2.01) :

$$N_{eff} = 16 \left[\frac{V_R - V_o}{w_b} \right]^2 = 5.545 \left[\frac{(V_R - V_o)}{w_h} \right]^2$$

$$N_{eff} = 16 \left[\frac{t_R - t_o}{w_b} \right]^2 = 5.545 \left[\frac{(t_R - t_o)}{w_h} \right]^2$$

$$H_{eff} = L / N_{eff}$$

- 6.5.05 *Altura de plato reducida (h)*
La definición de este término es idéntica a la dada en 3.10.0.7

TABLA 1. ÍNDICE DE TÉRMINOS

Algunos términos compuestos aparecen listados en el lugar propio de cada una de las palabras que lo forman. Los términos específicos de cromatografía en plano (PC), intercambio iónico (IEC) y exclusión (EC), se indican con sus acrónimos, mientras que los números se refieren a las secciones correspondientes.

A

Altura

- de plato, 3.10.05; (EC) 6.3.03
- de plato efectivo, 3.10.06; (EC) 6.3.04
- de plato reducida, 3.10.07; (EC) 6.5.05
- de plato teórico, 3.10.05; (EC) 6.3.03
- equivalente a un plato efectivo, 3.10.06; (EC) 6.3.04
- equivalente a un plato teórico, 3.10.05; (EC) 6.3.03

Análisis isocrático, 1.6.03

B

Bombas, 2.1.01

- alternativas, 2.1.01.2
- de jeringa, 2.1.01.1
- neumáticas, 2.1.01.3

C

Cantidad mínima detectable, 4.4

Capa con gradiente, 3.1.05

Capacidad de saturación, (IEC) 5.4.05

- específica práctica, (IEC) 5.4.04
- específica teórica, (IEC) 5.4.01
- por volumen, (IEC) 5.4.02

Co-iones (IEC), 5.1.08

Coefficiente de difusión, 3.4

- - en la fase estacionaria, 3.4.02
- - en la fase móvil, 3.4.03
- - en un intercambiador de iones, (IEC) 5.5.01
- de distribución, 3.9
- de reparto, 3.9.01
- de selectividad, (IEC) 5.5.02
- de selectividad corregido, (IEC) 5.5.03

Cola, 3.3.08

Colector de fracciones, 2.1.04

Columna, 3.2

- abierta, 3.2.03
- - de pared porosa, 3.2.03.2
- - de pared recubierta, 3.2.03.1

- - recubierta con un soporte, 3.2.03.3
- Área de la sección transversal de una, 3.2.10
- capilar, 3.2.04
- - abierta, 3.2.04
- - rellena, 3.2.04
- Diámetro de una, 3.2.07
- Espacio vacío de una, 3.2.11
- Longitud de una, 3.2.09
- Porosidad interpartícula de una, 3.2.12
- Radio de una, 3.2.08
- rellena, 3.2.02
- Temperatura de la, 2.1.03
- Volumen de una, 3.2.05
- - interpartícula de una, 3.2.11; (EC) 6.1.01
- - intersticial de una, 3.2.11; (EC) 6.1.01
- - intrapartícula de una, (EC) 6.1.02
- - intrastical de una, (EC) 6.1.02
- - total de una, 3.2.11.1; (EC) 6.1.03

Componentes de la muestra, 1.1.10

Compresión (compresibilidad), (3.6.03)

Condiciones de saturación, (PC) 2.2.02.7

Constantes de distribución, 3.9; (IEC) 5.6; (EC) 6.2.06

Contra-iones, (IEC) 5.1.02

Cromatografía, 1.1.01

- bidimensional, 1.6.06

- con flujo programado, 1.6.09

- con presión programada, 1.6.10

- con temperatura programada, 1.6.08

- de adsorción, 1.5.01

- de afinidad, 1.5.05

- de desplazamiento, 1.2.02

- de elución, 1.2.03

- de exclusión, 1.5.04

- de exclusión de iones, 1.5.04

- de fluidos supercríticos, 1.4.04

- de gases, 1.1.06; 1.4.02

- de gases con pirólisis, 1.6.11.1

- de intercambio iónico, 1.5.03

- de lecho abierto, 1.3.02

- de líquidos, 1.1.06; 1.4.03

- de líquidos de alta eficacia, 1.4.03

- de reacción, 1.6.11
- de reparto, 1.5.02
- en capa fina, 1.3.02
- en columna, 1.3.01
- en fase inversa, 1.6.01
- en fase normal, 1.6.02
- en papel, 1.3.02
- en plano, 1.3.02
- frontal, 1.2.01
- gas-líquido, 1.4.01
- gas-sólido, 1.4.01
- iónica, 1.5.03
- isoterma, 1.6.07
- líquido-sólido, 1.4.01
- líquido-líquido, 1.4.01
- multidimensional, 1.6.06
- por permeación sobre gel, 1.5.04

Cromatógrafo, 1.1.04

Cromatograma, 1.1.02

- diferencial, 3.3.01
- integral, 3.3.02

Cubeta de elución (desarrollo), (PC) 2.2.02

D

Densitómetro, (PC) 2.2.04

Deriva, 4.3.02

Derivatización post-columna, 1.6.11.2

- pre-columna, 1.6.11.2

Desarrollo (ver elución)

Desplazante, 1.2.02

Detector, 2.1.05

- diferencial, 4.1.01.1
- específico, 4.1.03.3
- Factor de respuesta relativo del, 4.2.02
- Gráfico de linealidad de un, 4.5.01.2
- integral, 4.1.01.2
- Rango dinámico de un, 4.5.02
- Rango lineal de un, 4.5.01
- selectivo, 4.1.03.2
- Sensibilidad de un, 4.2.01
- sensible a la concentración, 4.1.02.1
- - al flujo másico, 4.1.02.2

- universal, 4.1.03.1

Diámetro de partícula, 3.1.08

Difusión, 3.4

- Coeficiente de, en la fase estacionaria, 3.4.02
- Coeficiente de, en la fase móvil, 3.4.03
- Coeficiente de, en un intercambiador de iones, 5.5.01
- Velocidad de, 3.4.04

Disolución externa, (IEC) 5.2.02

Disolvente, 1.1.12; (IEC) 5.2.01

Dispositivo de goteo, (PC) 2.2.01

Distancia del soluto, (PC) 3.8.03

E

Efluente, 1.1.08

Elución (desarrollo) (PC)

- anticircular, 2.2.02.6
- ascendente, 2.2.02.2
- circular, 2.2.02.5
- con gradiente, 1.6.04
- descendente, 2.2.02.4
- en condiciones de insaturación, 2.2.02.8
- horizontal, 2.2.02.3
- insaturada, 2.2.02.8
- por pasos, 1.6.05
- radial, 2.2.02.5

Eluyente, 1.1.06

Equilibrio, (PC) 2.2.02.9

Escalón, 3.3.10

- altura de, 3.3.10.1

Espacio vacío, 3.2.11

Espesor de película (fase líquida), 3.2.14

F

Factor

- de capacidad, 3.7.12; (EC) 6.2.05
- de corrección de la compresión, 3.6.03
- de respuesta relativo del detector, 4.2.02
- de retardo, 3.7.13; (PC) 3.8.04
- de retención, 3.7.12; (EC) 6.2.05
- - - Logaritmo del, 3.7.12.1
- de separación, 3.7.14.2; (IEC) 5.5.04

Fase

- Cantidad relativa de, líquida, 3.1.10
- Distancia de la, (PC) 3.8.02
- estacionaria, 1.1.05
- - Área de la superficie de, 3.9.03
- - Espesor de película de, 3.2.14
- - líquida, 1.1.05
- - Masa (peso) de, 3.2.16; 3.9.02
- - sólida, 1.1.05
- - Volumen de, 3.2.15; 3.9.01
- gaseosa, 1.1.05
- inmovilizada, 1.1.05.2
- móvil, 1.1.06; 3.6
- - Factor de corrección de la compresión de, 3.6.03
- - Flujos de la, 3.6.04
- - Frente de la, 3.8.01
- - Velocidad reducida de la, 3.6.05.3
- - Velocidades de la, 3.6.05.1
- - Viscosidad de la, 3.6.01
- - Volumen de, 3.2.11; 3.7; 3.9.01; (EC) 6.1
- Relación de, 3.2.12

Flujo, 3.6.04

- másico, 4.2.01.3

Fracción intersticial, 3.2.12

Frente, 3.3.09

G

Gas portador, 1.1.06

Gráfico de linealidad de un detector, 4.5.01.2

Grupos ionizables, 5.1.07

H

Horno, 2.1.03

I

Impregnación, (PC) 3.1.06

Índice de Kováts, 3.7.15

- - retención, 3.7.15
- - - lineal, 3.7.15

Intercambiador

- bifuncional, (IEC) 5.3.01.3

- de aniones, (IEC) 5.3.03

- - - Forma básica de un, (IEC) 5.3.03.1

- de cationes, (IEC) 5.3.02

- - - Forma ácida de un, (IEC) 5.3.02.1

- de electrones, (IEC) 5.3.01.7

- de iones, (IEC) 5.3.01

- - - Forma salina de un, (IEC) 5.3.01.6

- de iones monofuncional, (IEC) 5.3.01.2

- de iones redox, (IEC) 5.3.01.8

- macroporoso, (IEC) 5.3.01.5

- Masa (peso) de un, seco, (IEC) 5.6.02

- monofuncional, (IEC) 5.3.01.2

- polifuncional, (IEC) 5.3.01.4

- Volumen de un, (IEC) 5.6

Intercambio de aniones, (IEC) 5.1.10

- de cationes, (IEC) 5.1.09

Inyección

- con división de flujo, 2.1.02.5

- con evaporación instantánea, 2.1.02.4

- Válvulas de, 2.1.02.2

Inyector, 2.1.02

- con evaporación instantánea, 2.1.02.4

- con temperatura programada, 2.1.02.6

- de muestras, 2.1.02

- de válvula, 2.1.02.2

- directo, 2.1.02.1

- en columna, 2.1.02.3

Iones fijos, (IEC) 5.1.03

L

Lecho cromatográfico, 1.1.05

M

Mancha, (PC) 3.3.04

- Diámetro de una, (PC) 3.3.04.1

Marcador, 3.3.13

Matriz de resina, (IEC) 5.3.01.1

Membrana

- de intercambio iónico, (IEC) 5.3.04

- de intercambio de aniones, (IEC) 5.3.04

- de intercambio de cationes, (IEC) 5.3.04

- heterogénea de intercambio iónico, (IEC)

5.3.04
- homogénea de intercambio iónico, (IEC)

5.3.04
Muestra, 1.1.09

N

Número de platos efectivos, 3.10.04; (EC)
6.3.04
- - - teóricos, 3.10.03; (EC) 6.3.03
- - separación, 3.10.02

P

Parámetro de resistencia al flujo, 3.2.19
- R_M , (PC) 3.8.05
Parámetros de retención, 3.7; (PC) 3.8
Patrón externo, 3.3.12
- interno, 3.3.11

Período isotermo inicial, 3.5.04.1
- - durante un análisis, 3.5.04.3
- - final, 3.5.04.5

Permeabilidad específica, 3.2.18
- selectiva, (IEC) 5.3.04.1

Pico, 3.3.06
- Altura de, 3.3.06.4
- Anchuras del, 3.3.07
- Área del, 3.3.06.2
- Base del, 3.3.06.1
- Cola del, 3.3.08
- Desviación típica del, 3.3.06.5
- Frente del, 3.3.09
- Resolución entre, 3.10.01; (EC) 6.3.01
- Volumen (tiempo) de elución del, 3.7.06

Plato
- Altura de, 3.10.05; (EC) 6.3.03
- Altura de, efectivo, 3.10.06; (EC) 6.3.04
- Altura de, reducida, 3.10.07; (EC) 6.5.05
- Altura equivalente a un, teórico, 3.10.05; (EC) 6.3.03
- Altura equivalente a un, efectivo, 3.10.06; (EC) 6.3.04
- Número de, efectivos, 3.10.04; (EC) 6.3.04
- Número de, teóricos, 3.10.03; (EC) 6.3.03

Polímeros redox, (IEC) 5.3.01.7

Porosidad interpartícula, 3.2.12

Presión, 3.6.02
- ambiente, 3.6.02.2
- Caída de, 3.6.02.3
- de entrada, 3.6.02.1
- de salida, 3.6.02.2
- parcial del vapor de agua 3.6.04.1
- Programación de, 1.6.10
- relativa, 3.6.02.4

Programación de flujo, 1.6.09

- de presión, 1.6.10
- de temperatura, 1.6.08
- de temperatura múltiple, 3.5.04.2

Punto (línea) de aplicación, (PC) 3.3.03

R

Radio de la columna, 3.2.08

- de poro, 3.1.09

Rango lineal de un detector, 4.5.01

Relación de capacidad, 3.7.12

- de fases, 3.7.12
- de reparto, 3.7.12
- peso-hinchamiento en el disolvente, (IEC) 5.3.05
- volumen-hinchamiento, (IEC) 5.3.06

Relleno, 3.1.07

- pelicular, 3.1.07.2

- totalmente poroso, 3.1.07.1

Resina intercambiadora de aniones, 5.3.03

- - - cationes, 5.3.02

Resolución, 3.10.01; (EC) 6.3.01

- específica, (EC) 6.3.02

Respuesta del detector, 4.2

Retardo relativo, (PC) 3.8.06

Retención, Factor de, 3.7.12; (EC) 6.2.05

Retenciones relativas, 3.7.14

Ruido, 4.3.01

S

Saturación de cubeta, (PC) 2.2.02.7

Sensibilidad de un detector, 4.2.01

Sensibilidad Dimbat-Porter-Stross, 4.2.01.2
Sólido activo modificado, 3.1.02
Soporte, 3.1.03
- sólido, 3.1.03
Sorción, (IEC) 5.1.05
- Isoterma de, (IEC) 5.1.06

T

Temperatura
- ambiente, 3.5.01
- de inyección, 3.5.02
- de la columna, 2.1.03; 3.5.03
- de retención, 3.5.04.6
- de separación, 2.1.03; 3.5.03
- del detector, 3.5.05
- final, 3.5.04.4
- - isoterma, 3.5.04.5
- inicial, 3.5.04.1
- - isoterma, 3.5.04.1
- isoterma durante un análisis, 3.5.04.3
- Velocidad de programación de la, 3.5.04.2

Tiempo

- básico, 3.7.03
- básico corregido del gas, 3.7.04
- de elución del pico 3.7.06
- de retención, (EC) 6.2.02
- - - ajustado, 3.7.07; (EC) 6.2.03
- - - corregido, 3.7.08
- - - de un compuesto no retenido, 3.7.03;
6.2.01
- - - neto, 3.7.09
- - - total de fase móvil, (EC) 6.2.04
- total de retención, 3.7.05

Trenzahl, 3.10.02

V

Válvula para inyección de gases, 2.1.02.7
Válvulas de inyección, 2.1.02.2
Varianza, 3.3.06.6
Velocidad de difusión, 3.4.04
- reducida de la fase móvil, 3.6.05.3
Velocidades de la fase móvil, 3.6.01

- del gas portador, 3.6.05.2
Viscosidad de la fase móvil, 3.6.01

Volumen

- básico, 3.7.03
- - corregido del gas, 3.7.04
- de elución del pico, 3.7.06
- de fase estacionaria, 3.2.15; 3.9.01
- de fase móvil, 3.2.11; 3.7; (EC) 6.1
- de la columna, 3.2.05
- del intercambiador seco, (IEC) 5.6
- del intercambiador hinchado, (IEC) 5.6
- de retención, (EC), 6.2.02
- - - ajustado, 3.7.07; (EC) 6.2.03
- - - corregido, 3.7.08
- - - de un compuesto no retenido, 3.7.03;
6.2.01
- - - específico, 3.7.11
- - - neto, 3.7.09
- - - total de fase móvil, (EC) 6.2.04
- estacionario de fase móvil, (EC) 6.1.02
- extra-columna, 3.2.13; (EC) 6.1.03
- interpartícula, 3.2.11; (EC) 6.1.01
- intersticial, 3.2.11; (EC) 6.1.01
- intrapartícula, (EC) 6.1.02
- intrasticial, (EC) 6.1.02
- muerto, 3.2.13.1
- total de fase móvil, (EC) 6.1.03
- - de retención, 3.7.05

Z

Zona, 1.1.13

TABLA 2. LISTA DE SÍMBOLOS

Los números entre paréntesis se refieren a las secciones pertinentes. Los símbolos específicos de cromatografía en plano (PC), de intercambio iónico (IEC) o de exclusión (EC), se indican con sus correspondientes acrónimos.

a	Distancia de la fase móvil en PC (3.8.02)
A	Área de pico (4.2.01.1)
A_c	Área de la sección transversal de una columna (3.2.10)
A_S	Área de la superficie de la fase estacionaria de la columna (3.9.03)
b	Distancia del soluto en PC (3.8.03)
B_o	Permeabilidad específica (3.2.18)
C_i	Concentración de una sustancia patrón en la fase móvil, cuando alcanza el detector (4.2.01.2)
d_c	Diámetro interno de la columna (3.2.07)
d_f	Espesor de la película de fase estacionaria líquida (3.2.14)
d_p	Diámetro de partícula (3.1.08)
D	Cantidad mínima detectable (4.4)
D	Coefficiente de difusión, en general (3.4)
D_{ex}	Coefficiente de difusión en un intercambiador de iones (5.5.01)
D_G	Coefficiente de difusión en la fase gaseosa (3.4.03)
D_L	Coefficiente de difusión en la fase estacionaria líquida (3.4.02)
D_M	Coefficiente de difusión en la fase móvil (3.4.03)
D_S	Coefficiente de difusión en la fase estacionaria (3.4.02)
E	Altura del pico (4.2.01.2)
f	Factor de respuesta relativo del detector (4.2.02)
F	Flujo de la fase móvil a la salida de la columna, en condiciones ambientes y con un flujómetro húmedo (3.6.04.1)
F_a	Flujo de la fase móvil a temperatura ambiente (3.6.04.1)
F_c	Flujo de la fase móvil a la temperatura de la columna (3.6.04.2)
h	Altura de plato reducida (3.10.07). En EC (6.5.05)
hR_F	$R_F \cdot 100$ (3.8.04)
H	Altura de plato (altura equivalente a un plato teórico) (3.10.05). En EC

	(6.3.03)
H_{eff}	Altura de plato efectivo (altura equivalente a un plato efectivo) (3.10.06). En EC (6.3.04)
I	Índice de retención; índice de Kováts (3.7.15)
I^T	Índice de retención obtenido con temperatura programada. Índice de retención lineal (3.7.15)
j	Factor de corrección por la compresibilidad de la fase móvil (3.6.03)
k	Factor de retención (factor de capacidad) (3.7.12)
k_e	Factor de retención (factor de capacidad) en EC (6.2.05)
$k_{A/B}$	Coefficiente de selectividad en IEC (5.5.02)
$k_{A/B}^a$	Coefficiente de selectividad corregido en IEC (5.5.03)
K	Constantes de distribución en general (3.9)
K_c	Constante de distribución en la que la concentración en la fase estacionaria se expresa en relación al volumen de fase (3.9.01). En IEC se expresa en relación al volumen del intercambiador de iones hinchado (5.6.01)
K_g	Constante de distribución en la que la concentración en la fase estacionaria se expresa en relación a la masa (peso) de la fase sólida seca (3.9.02). En IEC se expresa en relación a la masa (peso) del inter-cambiador de iones seco (5.6.02)
K_s	Constante de distribución en la que la concentración en la fase estacionaria se expresa en relación con el área de la superficie de la fase sólida (3.9.03)
K_v	Constante de distribución utilizada en IEC en la que la concentración en la fase estacionaria se expresa como volumen de sustancia en relación al volumen del intercambiador de iones seco (5.6.03)
K_o	Constante de distribución en EC (6.2.06)
L	Longitud de la columna (3.2.09)
M	Masa molecular en EC (6.3.01 y 6.3.02)
M_i	Flujo másico de una sustancia patrón que entra al detector (4.2.01.3)
N	Ruido de un detector (4.3.01)
N	Número de platos (3.10.03). En EC (6.3.03)
N_{eff}	Número de platos efectivos (3.10.04). En EC (6.3.04)
p	Presión en general (3.6.02)
p_a	Presión ambiente (3.6.02.2)
p_i	Presión de entrada (3.6.02.1)
p_o	Presión de salida (3.6.02.2)
p_w	Presión parcial del vapor de agua a temperatura ambiente (3.6.04.1)

Δp	Caída de presión (3.6.02.3)
P	Presión relativa (3.6.02.4)
Q_A	Capacidad específica práctica de un intercambiador de iones (5.4.04)
Q_B	Capacidad de saturación de un lecho intercambiador de iones (5.4.05)
Q_V	Capacidad por volumen de un intercambiador de iones (5.4.02)
r	Retención relativa (3.7.14.1)
r_c	Radio interno de la columna (3.2.08)
r_G	Retención relativa no ajustada (3.7.14.3)
r_p	Radio de poro (3.1.09)
R	Factor de retardo en cromatografía en columna; fracción de un componente de la muestra en la fase móvil (3.7.12) y (3.7.13)
$(R-1)$	Fracción de un componente de la muestra en la fase estacionaria, en cromatografía en columna (3.7.12)
R_F	Factor de retardo en PC (3.8.04)
R_M	Función logarítmica de R_F (PC) (3.8.05)
R_{rel}	Retardo relativo en PC (3.8.06)
R_s	Resolución entre dos picos (3.10.01)
R_{sp}	Resolución específica en EC (6.3.02)
$R_{1/2}$	Resolución entre dos picos en EC (6.3.01)
S	Sensibilidad del detector (4.2.01)
SN	Número de separación (3.10.02)
t	Tiempo en general
t_i	Tiempo de retención correspondiente al volumen intrapartícula V_i de la columna en EC (6.1.02)
t_t	Tiempo de retención correspondiente al volumen total (V_t) de fase móvil en la columna en EC (6.2.04)
t_o	Tiempo de retención de un compuesto no retenido en EC (6.2.01)
t_M	Tiempo básico de la fase móvil; excepto en EC (ver 6.1.01) es igual al tiempo de retención de un compuesto no retenido (3.7.03)
t_N	Tiempo de retención neto (3.7.09)
t_R	Tiempo total de retención (3.7.05). En EC, tiempo de retención (6.2.02)
t_R^T	Tiempo total de retención con temperatura programada (3.7.05 y 3.7.15)
\bar{t}_R	Tiempo de elución del pico (3.7.06)
t'_R	Tiempo de retención ajustado (3.7.07). En EC (6.2.03)
t_R^o	Tiempo de retención corregido (3.7.08)
T	Temperatura en general (siempre en Kelvin) (3.5)

T_a	Temperatura ambiente (3.5.01)
T_c	Temperatura de la columna (3.5.03)
TZ	Trennzhal (número de separación) (3.10.02)
u	Velocidad de la fase móvil (3.6.05.1)
\bar{u}	Velocidad lineal media del gas portador (3.6.05.2)
u_D	Velocidad de difusión (3.4.04)
u_o	Velocidad del gas portador a la salida de la columna (3.6.05.2)
V	Volumen en general
V_c	Volumen de la columna (3.2.05)
$V_{(DIE)}$	Volumen del intercambiador de iones seco (5.6)
V_{ext}	Volumen extra-columna (6.1.03, 3.2.13)
V_g	Volumen de retención específico a 0°C (3.7.11.2)
V_g^θ	Volumen de retención específico a la temperatura de la columna (3.7.11.1)
V_i	Volumen intrapartícula de la columna en EC (6.1.02)
V_G	Volumen interpartícula de la columna en GC (3.2.11.2)
V_L	Volumen de la fase líquida (3.2.15)
V_M	Volumen básico de fase móvil; excepto en EC, es igual al volumen de retención de un compuesto no retenido (3.7.03)
V_M^o	Volumen básico corregido del gas (3.7.04)
V_M	Volumen de fase móvil en la columna (3.9.01)
V_N	Volumen de retención neto (3.7.09)
V_o	Volumen interpartícula de la columna (3.2.11). En EC es igual al volumen no retenido (6.2.01 y 6.1.01)
V_R	Volumen total de retención (3.7.05). En EC, volumen de retención (6.2.02)
\bar{V}_R	Volumen de elución del pico (3.7.06)
V'_R	Volumen de retención ajustado (3.7.07). En EC (6.2.03)
V_M^o	Volumen de retención corregido (3.7.08)
V_S	Volumen de fase estacionaria en la columna (3.2.15, 3.9.01)
$V_{(SIE)}$	Volumen del intercambiador de iones hinchado (5.6)
$V_{(sol)}$	Volumen de la disolución externa (5.6)
V_t	Volumen total de fase móvil en la columna (es el volumen de fase móvil contenida en la columna en EC) (6.1.03 y 6.2.04)
w_b	Anchura del pico en la base (3.3.07.1)
w_h	Anchura a mitad de la altura (3.3.07.2)
w_i	Anchura del pico en los puntos de inflexión (3.3.07.3)

W	Cantidad (masa) en general
W_i	Cantidad (masa) de una sustancia a analizar (4.2.01.2)
$W_{i(IE)}$	Cantidad del componente i en el intercambiador de iones (5.6)
$W_{i(M)}$	Cantidad del componente i en la fase móvil (3.9)
$W_{i(S)}$	Cantidad del componente i en la fase estacionaria (3.9)
W_L	Cantidad (masa) de fase líquida en la columna (3.2.16)
W_S	Cantidad (masa) de fase estacionaria en la columna (3.2.16)
z	Número de átomos de carbono de un n-alcano eluido antes del pico de interés (3.7.15)
$z+1$	Número de átomos de carbono de un n-alcano eluido después del pico de interés (3.7.15)

Símbolos griegos

α	Factor de separación (3.7.14.2)
$\alpha_{A/B}$	Factor de separación en IEC (5.5.04)
α_G	Factor de separación no ajustado (3.7.14.3). En PC, retardo relativo (3.8.06)
β	Relación de fases (3.2.17)
ε	Porosidad interpartícula (3.2.12)
η	Viscosidad de la fase móvil (3.6.01)
θ	Superíndice en V_g^θ (3.7.11.1)
κ	$\log k$ (3.7.12.1)
ν	Velocidad reducida de la fase móvil (3.6.05.3)
ρ	Densidad del lecho en IEC (5.6.03)
σ	Desviación típica de un pico gaussiano (3.3.06.5)
σ^2	Varianza de un pico gaussiano (3.3.06.5)
Φ	Parámetro de resistencia al flujo (3.2.19)

Subíndices

Lista de los subíndices más empleados. Algunos subíndices específicos no se presentan aquí.

a Ambiente

c	Columna
eff	Efectivos
f	Película de fase líquida
i	Compuesto de interés
o	Salida de la columna
p	Partícula
st	Patrón
G	Fase gaseosa
L	Fase estacionaria líquida
M	Fase móvil; también disolución externa en IEC
N	Neto (como en tiempo o volumen de retención neto, es decir con la corrección tanto para la compresión del gas como para el tiempo (volumen) básico)
R	Retención (como en tiempo o volumen de retención)
S	Fase estacionaria; en IEC: intercambiador de iones
1,2	Dos picos próximos ($t_{R2} > t_{R1}$ excepto en EC, donde $M_2 > M_1$, y por consiguiente $t_{R1} > t_{R2}$)

Superíndices

T	Indica que un valor ha sido obtenido con temperatura programada
ˆ	Ajustado (como en tiempo o volumen de retención ajustados)
°	Corregido (como en tiempo o volumen de retención corregidos)

TABLA 3. LISTA DE ACRÓNIMOS UTILIZADOS EN CROMATOGRAFÍA

EC	Cromatografía de exclusión
GC	Cromatografía de gases
GLC	Cromatografía gas-líquido
GLPC	Cromatografía de reparto gas-líquido
GPC	Cromatografía por permeación sobre gel
GSC	Cromatografía gas-sólido
HETP	Altura equivalente a un plato teórico
HPLC	Cromatografía de líquidos de alta eficacia
IC	Cromatografía iónica
IEC	Cromatografía de intercambio iónico
LC	Cromatografía de líquidos
LLC	Cromatografía líquido-líquido
LSC	Cromatografía líquido-sólido
PC	Cromatografía en papel o cromatografía en plano
PLOT	Columna abierta de pared porosa
PTV	Inyector con temperatura programada
RRT	Tiempo de retención relativo
SCOT	Columna abierta recubierta con un soporte
SFC	Cromatografía de fluidos supercríticos
TLC	Cromatografía de capa fina
WCOT	Columna abierta de pared recubierta

BIBLIOGRAFÍA

1. Preliminary Recommendations on Nomenclature and Presentation of Data in Gas Chromatography. *Pure Appl. Chem.* **1** 177-186 (1960).
2. Recommendations on Nomenclature and Presentation of Data in Gas Chromatography. *Pure Appl. Chem.* **8**, 553-562 (1964).
3. Recommendations on Nomenclature for Ion Exchange. Information Bulletin Appendices on Tentative Nomenclature, Symbols, Units and Standards, No. 5, IUPAC Secretariat, Oxford, January 1970.
4. Recommendations on Ion-Exchange Nomenclature. *Pure Appl. Chem.* **29**, 619-624 (1972).
5. Recommendations on Nomenclature for Chromatography. Information Bulletin Appendices on Tentative Nomenclature, Symbols, Units and Standards, NO. 15, IUPAC Secretariat; Oxford, February 1972.
6. Recommendations on Nomenclature for Chromatography. *Pure Appl. Chem.* **37**, 447-462 (1974).
7. Glossary of Terms to Gas Chromatography. British Standard 3382. British Standards Institution, London. Publicado en 1963; última revision en 1969.
8. Gas Chromatography Terms and Relationships. ASTM E 355. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1968, última revision en 1989.
9. Packed Column Gas Chromatography. ASTM E 260. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1965, última revision en 1991.
10. Calculation of Gas Chromatography Response Factors. ASTM D 4626. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1986, última revision en 1990.
11. Thermal Conductivity Detectors Used in Gas Chromatography. ASTM E 516. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1974, última revision en 1991.
12. Flame Ionization Detectors Used in Gas Chromatography. ASTM E 594. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1977.
13. Electron Capture Detectors Used in Gas Chromatography. ASTM E 697. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1979, última revision en 1991.
14. Nitrogen/Phosphorus Thermionic Ionization Detectors for Use in Gas Chromatography. ASTM E 1140. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1986.
15. Flame Photometric Detectors Used in Gas Chromatography: ASTM E 840.

- American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1981, última revisión en 1991.
16. Supercritical-Fluid Chromatography Terms and Relationships. ASTM E 1449. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1992.
 17. Liquid Chromatography Terms and Relationships. ASTM E 682. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1979.
 18. Refractive Index Detectors Used in Liquid Chromatography. ASTM E 1303. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1989.
 19. Fixed-Wavelength Photometric Detectors Used in Liquid Chromatography. ASTM E 685. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1979.
 20. Ion Chromatography Terms and relationships. ASTM 1151. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1987.
 21. Use of Liquid Exclusion Chromatography Terms and Relationships. ASTM D 3016. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1978, última revisión en 1986.
 22. Molecular Weight Averages and Molecular Weight Distribution by Liquid Exclusion Chromatography (Gel-Permeation Chromatography GPC) ASTM D 3536. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1976, última revisión en 1991.
 23. Molecular Weight Averages and Molecular Weight Distribution of Certain Polymers by Liquid Size Exclusion Chromatography (Gel-Permeation Chromatography GPC) Using Universal Calibration. ASTM D 3593. American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA; publicado en 1977, última revisión en 1986.
 24. E. Stahl: Nomenclature in Chromatography. *Chromatographia* **1** 338-342 (1968).
 25. L. S. Ettre: The Nomenclature of Chromatography. I. Gas Chromatography. *J. Chromatogr.* **165**, 235-256 (1979).
 26. L. S. Ettre: The Nomenclature of Chromatography. II. Liquid Chromatography. *J. Chromatogr.* **220**, 29-63 (1981).
 27. L. S. Ettre: The Nomenclature of Chromatography, III. General Rules for Future Revisions. *J. Chromatogr.* **220**, 65-69 (1981).
 28. I. Mills, T Cvits, K. Homann, N. Kalley, and K. Kuchitsu, Quantities, Units, and Symbols in Physical Chemistry, Blackwell Scientific Publications, Oxford, UK, 1988.