	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO AMONIACAL POR ELECTRODO SELECTIVO SM 4500-NH₃ D	Código: M-S-LC-I033
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 11

1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de nitrógeno amoniacal en matriz de agua, por el método electrodo de ion selectivo.

2. ALCANCE

Este método es aplicable a agua potable, agua superficial y agua residual doméstica e industrial.

Esta técnica se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental para el recurso hídrico superficial; los rangos de aplicación son: 0.05 a 50 NH₃-N/L.


Los siguientes son los resultados obtenidos en la validación del método:

TABLA 1. Datos Validación Determinación de Nitrógeno Amoniacal

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I033			
FECHA DE INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 01-08-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION	0,05	mg NH ₃ -N/L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISIÓN EN TREMINOS DE % CV	2,89	%	Nivel de concentración bajo STD 0.10 mg NH ₃ -N/L
	1,19	%	Nivel de concentración alto STD 45 mg NH ₃ -N/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	9,32	%	Nivel de concentración bajo STD 0.10 mg NH ₃ -N/L
	3,36	%	Nivel de concentración alto STD 45 mg NH ₃ -N/L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,05-50	mg NH ₃ -N/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,05-50	mg NH ₃ -N/L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	95,20	%	Nivel de concentración bajo M1Ab
	107,88	%	Nivel de concentración alto M1Aa
INCERTIDUMBRE EXPANDIDA %	0,038	95.45 %	Nivel de concentración bajo STD 0.10 mg NH ₃ -N/L

3. DEFINICIONES

- **Blanco de Reactivos o Blanco de Método (MB):** agua ultra pura que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos solventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra.
- **Blanco Fortificado de Laboratorio (LFB):** es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco.
- **Muestra (M):** cada sistema físico que sea sometido a la metodología de análisis.
- **Matriz Fortificada de Laboratorio (LFM):** es una muestra natural o real a la cual se le ha adicionado una cantidad conocida del analito de interés. Esta adición debe realizarse antes de la preparación de la muestra.
- **Duplicado de muestra o matriz fortificada por laboratorio (LFMD):** es una segunda porción de la muestra a la que se agrega una cantidad conocida de analito (s) de interés antes de la preparación de la muestra. Si se recolecta suficiente volumen de muestra, esta segunda porción de muestra se agrega y procesa de la misma manera que el LFM. Si no hay suficiente muestra para un duplicado LFM, entonces use una porción de una muestra alternativa (duplicado) para recopilar datos sobre la precisión.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO AMONIAICAL POR ELECTRODO SELECTIVO SM 4500-NH₃ D	Código: M-S-LC-I033
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 2 de 11

- **Blanco fortificado (LFB):** es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco. (El LFB son los estándares de control de la técnica).
- **Límite de Detección del Método (LDM):** concentración de analito que, cuando se procesa a través del método completo, produce una señal con una probabilidad del 99% de ser diferente del blanco.
- **Límite de Cuantificación (LCM):** Es la concentración de analito que produce una señal suficientemente más fuerte que el blanco, de modo que se puede detectar con un nivel específico de confiabilidad durante las operaciones de rutina
- **Linealidad:** es la proporcionalidad entre la concentración y la señal producida por el instrumento y se debe verificar si en el laboratorio se cumple el intervalo y tipo de linealidad que reporta la literatura del método.
- **Intervalo de Linealidad:** hace referencia a la menor y la mayor concentración de analito en la muestra para las cuales se ha demostrado que el procedimiento analítico tiene el nivel adecuado de precisión, exactitud y linealidad.
- **Intervalo de Trabajo o de Lectura directa:** intervalo de concentraciones donde actúa el método en cuestión, sin ninguna dilución. Debe estar incluido en el rango lineal.
- **Intervalo de Aplicación del Método:** es el Intervalo de concentración para el método incluyendo la mayor dilución permitida para una muestra. En general se acepta hasta una dilución de cien veces, a menos de que el método no lo permita.
- **EIS:** Electrodo De Ion Selectivo. Es un sensor que convierte la actividad de un ion específico disuelto de una solución en un potencial eléctrico, el cual se puede medir con un voltímetro o PH-metro. La parte sensora del electrodo es por lo general una membrana específica para el ion, junto con un electrodo de referencia.
- **ISA:** Ajuste de fuerza iónica (solución de NaOH / EDTA 10N)

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis químico, revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad que reposan en el mueble ubicadas a la entrada; en el área de recepción de muestras.

Utilizar los implementos de seguridad de acuerdo con lo señalado en el instructivo. En esta técnica son: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro para vapores ácidos y guantes de nitrilo.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis.

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

Antes de operar los equipos verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de manejo del equipo.

5.1. Materiales

- Micro-espátula metálica.
- Erlenmeyer de 125 mL

- Balones aforados de 1L Clase A.
- Balones aforados de 100 mL. Clase A.
- Pipetas graduadas de 2 mL, Clase B.
- Pipetas aforadas de 2,5 mL, 5 mL, 10 mL.
- Probetas 100 mL.
- Barra recubierta de TFE y agitadores magnéticos.
- Pipeta Pasteur.
- Papel indicador

5.2. Equipos

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.
- Potenciómetro con sensor automático de temperatura.
- Electrodo selectivo de amoniaco.
- Plancha con agitación magnética.

5.3. Reactivos

- Agua libre de amoniaco: Usar agua ultra-pura para preparar todos los reactivos, las diluciones de muestra y enjuagues.
- Solución de NaOH/EDTA, 10 N: Disolver 400g de NaOH en 800 mL de agua; agregar 45,2 g de sal tetrasódica de ácido etilendiaminotetra acético (Na₄EDTA.4H₂O) y agitar para disolver. Dejar Enfriar y diluir a 1000 mL con agua ultra-pura. Almacene a temperatura ambiente en frasco rotulado.
- Solución Stock de Cloruro de Amonio: Disolver en agua 3,819 g de NH₄Cl anhidro, (secado a 100°C), en agua ultra-pura y diluir a 1000 mL; 1,00 mL = 1,00 mg N = 1,22 mg NH₃. La solución así obtenida tiene una concentración de 1000 mg N/L. Almacene esta solución en frasco rotulado y refrigere en la nevera de almacenamiento de reactivos.

5.3.1. Preparación de Soluciones Estándares Intermedias

Las soluciones intermedias se preparan como se muestra en la Tabla 2. Preparación de Soluciones Estándar Intermedias. La solución Stock de Cloruro de Amonio de 1000 mg N/L se prepara: Disolver en agua 3,819 g de NH₄Cl anhidro, (secado a 100°C), en agua ultra-pura y diluir a 1000 mL; 1,00 mL = 1,00 mg N = 1,22 mg NH₃. Almacene esta solución en frasco rotulado y refrigere en la nevera de almacenamiento de reactivos.

TABLA 2. Preparación de Soluciones Estándar Intermedias


Concentración estandar (mg NH ₃ -N/L)	Vol. Aliquota sin partida (ml)	Concentración sin de partida (mg NH ₃ -N/L)	Volumen final (mL)
100	10	1000	100
10	10	100	100
1,0	10	10	100

5.3.2. Preparación Estándares Curva de Calibración

Los estándares de la curva de calibración se preparan a partir de la solución estándar intermedia de Cloruro de Amonio. Como se muestra en la Tabla 3. Preparación de Estándares de Curva de Calibración.

TABLA 3. Preparación Estándares Curva de Calibración

Concentración Estandar (mg NH ₃ -N/L)	Vol. Aliquota sin partida (mL)	Concentración Sin de Partida (mg NH ₃ -N/L)	Volumen Final (mL)
0,05	5	1,0	100

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO AMONICAL POR ELECTRODO SELECTIVO SM 4500-NH₃ D	Código: M-S-LC-I033
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 4 de 11

0,50	5	10	100
5,0	5	100	100
50	5	1000	100

Ejemplo: Se despeja el volumen inicial (Vi) para saber qué cantidad de volumen se debe tomar y de esta manera se prepara la concentración de 0,05 mg/L en 100 mL de agua ultrapura.

$$X \frac{mg}{L} (Ci) * (Vi) = X \frac{mg}{L} (Cf) * X ml (Vf)$$

5.3.3. Preparación Estándares de Control

Los estándares de control se preparan a partir de la solución estándar intermedia de Cloruro de Amonio. Como se muestra en la Tabla 4. Preparación de Estándares de Control.

TABLA 4. Preparación Estándares de Control

Concentración Estándar (mg NH ₃ -N/L /L)	Vol. alícuota sin partida (mL)	Concentración sin de partida (mg NH ₃ -N/L /L)	Volumen Final (mL)
25	2,5	1000	100
2,5	2,5	100	100

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Las aminas son una interferencia positiva. Esto puede mejorar por acidificación. El mercurio y plata interfieren formando complejos con amoníaco, a menos que se utilice la solución de EDTA / NaOH.

Las altas concentraciones de iones disueltos afectan a la medición, pero el color y la turbidez no lo hacen; no es necesario destilar las muestras.

El cloro residual reacciona con el amoníaco por lo cual debe removerse con la adición de tiosulfato de sodio a la muestra.

6.1. Condiciones Ambientales

Las condiciones Ambientales para las soluciones patrón y las muestras deben estar en un rango entre 18 y 25°C de temperatura según lo experimentado durante la pre-validación y validación del método.


7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Para realizar la verificación del equipo se debe correr la curva de calibración antes de leer las muestras. Los estándares para la curva y su preparación se indican en el numeral 5. Los estándares se manejan de la misma forma que las muestras. Como se indica en el numeral 8. Al correr la curva se debe verificar la pendiente de la curva entre -54 y -60 mv. Es importante mantener entre punto y punto de la curva este rango.

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluyen en la siguiente tabla, los cuales deben ser aplicados por cada 20 muestras o lote menor a 20 muestras. Adicionalmente, en los LFM y LFMD el volumen de estándar no debe exceder el 5% del volumen total de la muestra fortificada.

TABLA 5. Control de Calidad del Método SM 4500-NH₃-D

Blanco del método (MB)	Blanco fortificado de laboratorio (LFB)	Matriz fortificada de laboratorio (LFM)	Duplicado de la matriz fortificada de laboratorio (LFMD)	Otros

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO AMONIACAL POR ELECTRODO SELECTIVO SM 4500-NH₃ D	Código: M-S-LC-I033
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 5 de 11

X	X	X	X	Duplicado de muestras <10% QC (Estándares 2.0 y 20 mg/L) % Recuperación LFM y LFMD 75-125
---	---	---	---	---

Para los controles analíticos es importante tener en cuenta:

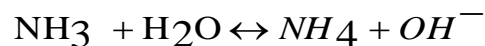
- Utilizar el material de vidrio al cual se le ha realizado el control de calidad.
- Efectuar el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado.
- Los resultados deben ser reportados en el formato correspondiente a captura de datos electrométricos, y debe ser entregado al líder del grupo de análisis fisicoquímicos.
- Se puede verificar el funcionamiento del electrodo con la lectura de estándares en el momento que se considere necesario.
- Los resultados de los controles se deben reportar en los formatos digitales:
 CARTA CONTROL DE EXACTITUD Código: M-S-LC-F055
 CARTA CONTROL DE EXACTITUD NH₃ CARTA CONTROL DE PRECISIÓN – DUPLICADOS NH₃
 Código: M-S-LC-F056
 CARTA CONTROL PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN Y DUPLICADOS DE RECUPERACIÓN NH₃
 Código: M-S-LC-F057
- Cada vez que el equipo se utilice se debe registrar la el tiempo de uso, para que se usa y la firma del usuario. En el formato M-S-LC-F007 FORMATO CONTROL DIARIO DEL MANEJO DE EQUIPOS.

8. DESARROLLO

8.1. Principio del Método

El electrodo de amoníaco utiliza una membrana hidrofóbica permeable al gas, para separar la solución de la muestra de la solución de llenado del electrodo. El Amoníaco disuelto en la solución de la muestra (NH₃ (aq) y NH₄⁺), se convierte en NH₃ (aq) mediante el aumento de pH por encima de 11 con una base fuerte. El NH₃ (aq) se difunde a través de la membrana hasta que la presión parcial del amoníaco es el mismo en ambos lados de la membrana. En cualquier muestra dada, la presión parcial de amoníaco será proporcional a su concentración.

El amoníaco que se difunde a través de la membrana se disuelve en la solución de relleno y, en pequeña medida, reacciona de forma reversible con agua y en la solución de llenado.




La relación entre el amoníaco, el ion amonio y el hidróxido está dado por la siguiente ecuación:

$$\frac{[NH_4][OH^-]}{[NH_3]} = \text{CONSTANTE}$$

La solución de llenado del electrodo contiene cloruro de amonio en un nivel suficientemente alto para que la concentración de iones de amonio puede considerarse fijo Así:

$$[OH^-] = [NH_3] \cdot \text{CONSTANTE}$$

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO AMONIACAL POR ELECTRODO SELECTIVO SM 4500-NH₃ D	Código: M-S-LC-I033
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 6 de 11

El potencial del elemento lo da el sensor del electrodo con respecto al elemento de referencia interno. Esto es descrito por la ecuación de Nernst:

$$E = E_0 - S \log [OH^-]$$

Donde:

E = potencial de electrodo medido

E₀ = potencial de referencia

OH⁻ = concentración de hidróxido en solución

S = pendiente del electrodo (-57+/-3 mv/ década)

Dado que la concentración de hidróxido es proporcional a la concentración del amoníaco, la respuesta del electrodo al amoníaco también es nernstiana.

$$E = E_0 - S \log [NH_3]$$

El potencial de referencia, E₀, está parcialmente determinado por el elemento de referencia interno que responde al nivel fijo de cloruro en la solución de llenado.

8.2. Toma y preservación de muestras

Si las muestras se analizan en el transcurso de 24 horas después de la recolección, refrigerar a 4°C sin acidificar. Para preservación y almacenamiento mayor a 24 horas, hasta 28 días, acidifique las muestras a pH < 2 con H₂SO₄ concentrado y almacenarlas a 4°C, preserve de la misma manera muestras con alto contenido de materia orgánica y nitrógeno. Embace de plástico (polietileno o equivalentes). Tomar 1L de muestra.

8.3. Limpieza de vidriería y material de campo

Utilice únicamente el material de vidrio aprobado en el control de calidad, para el lavado de material de vidrio se debe seguir el M-S-LC-1015 INSTRUCTIVO PARA EL LAVADO DE MATERIAL DE VIDRIO Y PLÁSTICO.

8.4. Ejecución de la técnica

8.4.1. Acondicionamiento del equipo


Si el equipo está guardado y seco se debe proceder como se indica en el instructivo del electrodo de ion selectivo de amoníaco en el numeral 8.2.1 según sea el caso.

Si el equipo se mantiene húmedo, para activar la membrana se debe sumergir el electrodo durante al menos 15 minutos antes de su uso en un erlenmeyer con una solución combinada. La se prepara tomando 1,0 mL de estándar de amoníaco de 100 mg NH₃-N/L y 1 mL de la SIn ISA o EDTA / NaOH.

8.4.2. CALIBRACIÓN

Luego del acondicionamiento, enjuague el electrodo con agua ultra-pura, como se indica en el instructivo de manejo del electrodo. Aliste los estándares de calibración, las soluciones e instrumentos necesarios.

- Conecte el electrodo en el canal 2 del medidor. Según la técnica que se va a desarrollar.
- Conecte el medidor a la electricidad 110 V.
- Encienda el medidor.
- Presione la tecla 2 (calibración).

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO AMONIAICAL POR ELECTRODO SELECTIVO SM 4500-NH₃ D	Código: M-S-LC-I033
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 7 de 11

- Seleccione el canal correspondiente.
- Sirva 100 mL de los estándares de calibración en Erlenmeyer de 125 mL. (la lectura se debe comenzar con el estándar de concentración más baja).
- Poner el electrodo dentro del estándar.
- Adicionar de 1 mL a 2 mL de solución de NaOH / EDTA 10N, por lo general 1mL es suficiente, utilice la cantidad suficiente para aumentar el pH por encima de 11, compruébelo mediante papel indicador de pH o pH-metro mezclar con un agitador magnético; limitar la velocidad de agitación para que la solución no capte burbujas.
- Inmediatamente presionar comenzar, para que el equipo lea.
- Cuando el equipo estabilice la lectura, tomar el dato de la concentración, los mv y la temperatura.
- Presionar borrar y escribir la concentración teórica (0.05, 0.5, 5.0 y 50). debe anotar el valor experimental. Presione aceptar.
- Presionar siguiente y repetir el proceso con los otros estándares de la curva.
- Luego de leer los estándares presione cal lista. Verifique las diferencias entre los potenciales de cada estándar. Esta diferencia debe estar entre -54 y -60, al igual que el valor de la pendiente. Si algún estándar no cumple con los criterios lea un nuevo estándar de la concentración requerida.
- Cuando se cumplan las condiciones de calidad de la pendiente y la diferencia de mV entre los estándares presione guardar/imprimir. De esta manera se acepta la calibración.
- Si la calibración no es exitosa. Realizar acondicionamiento del electrodo nuevamente y realizar de nuevo la calibración.
- Si el problema persiste. Hacer cambio de membrana, acondicionar y calibrar.

8.4.3. Lectura de la muestra


Enjuague el electrodo con agua ultra-pura antes de cada lectura. El volumen de alícuota que se debe tomar de muestra y de estándares es 100 mL. Se debe mantener una agitación magnética suave y constante.

- Introduzca la barra agitadora en el recipiente que contiene la muestra.
- Coloque el recipiente sobre el agitador magnético.
- Coloque el electrodo en la solución.
- Adicionar de 1 mL a 2 mL de solución de NaOH / EDTA 10N, ó la cantidad requerida para subir el pH a 11.
- Compruébelo mediante papel indicador de pH
- Oprima la tecla measure y espere a que se estabilice la lectura.
- Capture los datos en el formato de electrometría. (concentración, potencial y temperatura).

Nota: Si la concentración de la muestra es superior a 50 mgNH₃ / L, se debe realizar una dilución de la muestra.

8.5. Formatos.

- M-S-LC-F009 FORMATO CONTROL DE VERIFICACIÓN ELECTROMÉTRICA
- M-S-LC-F007 FORMATO CONTROL DIARIO DEL MANEJO DE EQUIPOS.
- M-S-LC-F055 CARTA CONTROL DE EXACTITUD.
- M-S-LC-F056 CARTA CONTROL DE EXACTITUD NH₃ CARTA CONTROL DE PRECISIÓN – DUPLICADOS.
- M-S-LC-F057 CARTA CONTROL PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN Y DUPLICADOS DE RECUPERACIÓN.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO AMONICAL POR ELECTRODO SELECTIVO SM 4500-NH₃ D	Código: M-S-LC-I033
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 8 de 11

8.6. Cálculos y Resultados

La concentración de Nitrógeno Amoniacal es determinada directamente por el instrumento de medida, pero, es importante tener en cuenta el factor de dilución para realizar el cálculo respectivo. Verifique mediante la lectura del potencial de los patrones el dato obtenido de pendiente.

Escribir el resultado con dos cifras significativas, redondeando de acuerdo a los criterios establecidos en el procedimiento de lineamientos de control de calidad analítica.

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 23ed., New York, 2017. Capítulo. 4500-Norg-C.

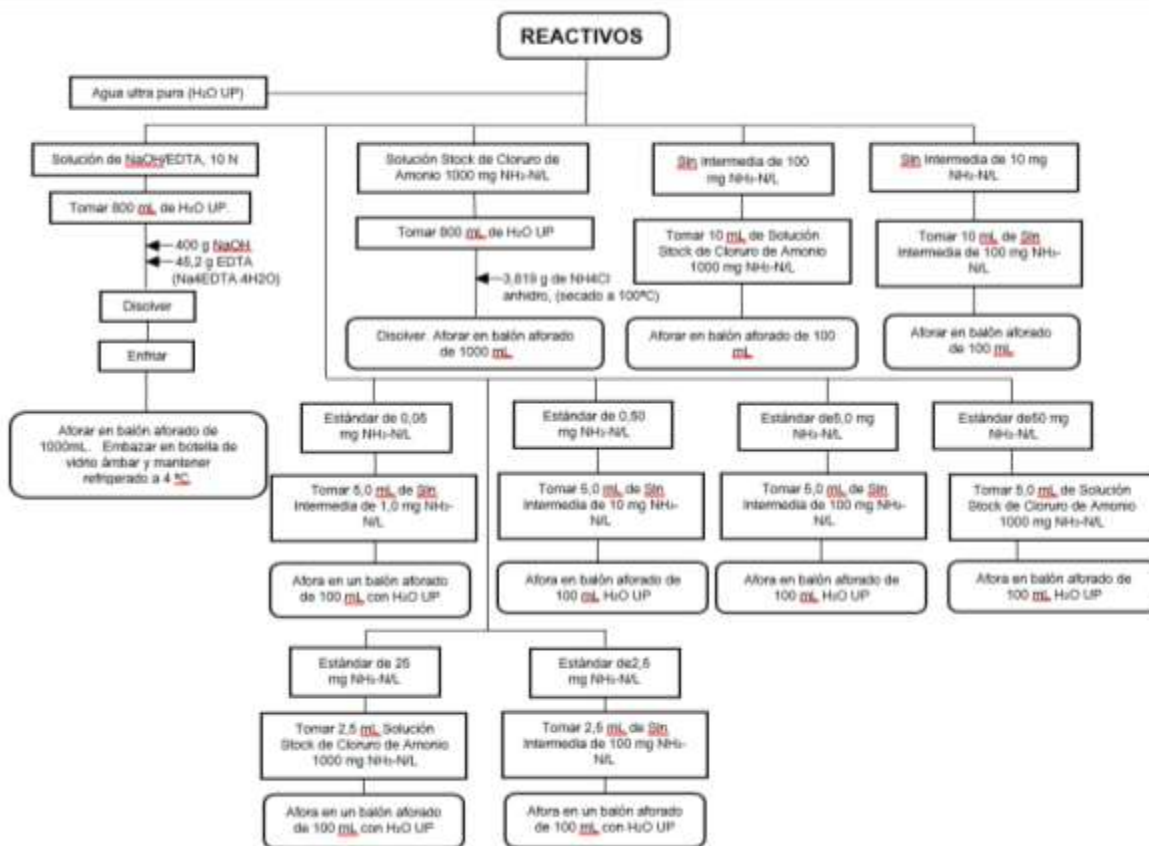
11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. (Anyela Monsalve)
02	24/04/2019	Actualización CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACÓN DEL MÉTODO, se coloca información de todos los formatos e instructivos que se requieren para el desarrollo de la técnica. (Daniel Ignacio Mendoza)
03	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.

ELABORÓ:	REVISÓ:	APROBÓ:
Anyela Lizeth Monsalve Marín Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Carlos Martín Velásquez Ramírez Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Nelson Omar Vargas Martínez Subdirector de Hidrología

ANEXO 1. Diagrama

DETERMINACIÓN DE NITROGENO AMONICAL POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-NH₃ D



LECTURA DE LA MUESTRA

En un Erlenmeyer de 125 mL

**1
ACONDICIONAMIENTO DEL
EQUIPO**

Si el equipo está guardado y seco se debe proceder como se indica en el instructivo del electrodo de ion selectivo de amoníaco en el numeral 8.2.1

Si el equipo se mantiene húmedo, para activar la membrana se debe sumergir el electrodo durante al menos 15 minutos antes de su uso en un erlenmeyer con una solución combinada. La se prepara tomando 1,0 mL de estándar de amoníaco de 100 mg NH₃-N/L y 1 mL de la SIn ISA o EDTA / NaOH.

se debe correr la curva de calibración antes de leer las muestras. Los estándares son: 0,05-0,5-5,0-50 mg NH₃-N/L. Al correr la curva se debe verificar la pendiente de la curva entre 54 y 60 mv. Es importante mantener entre punto y punto de la curva este rango. Se toma 100 mL de cada uno.

**2
CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA
CALIDAD**

Utilizar el material de vidrio al cual se le ha realizado el control de calidad.
Leer los estándares de control establecidos para el método (2.5 y 25 mg NH₃-N/L)
Efectuar el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado
BKO. Si el BKO > MQL hacer corrección o repetir.
Matriz fortificada (LFM) = según concentración
Duplicado de matriz. (Mismo Vol. Muestra según concentración) < 10% de error.
Muestras externas de concentración desconocida. 2 veces al año
Estos controles se deben leer cada lote de 20 muestras o

**3
MUESTRAS**

Enjuague el electrodo con agua ultra-pura antes de cada lectura. El volumen de alícuota que se debe tomar es 100 mL.
Introduzca la barra agitadora.
Coloque el Erlenmeyer sobre el agitador magnético.
Coloque el electrodo en la solución.
Adicionar de



1 mL a 2 mL de solución de NaOH / EDTA 10N, ó la cantidad requerida para subir el pH a 11.

Compruébelo mediante papel indicador de pH
Oprima la tecla **measure** y espere a que se estabilice la lectura.
Si la concentración de la muestra supera a 50 mgNH₃ / L. esta se debe diluir.

Registre los datos en el formato de electrometría.
(Concentración, potencial y temperatura)