



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2022 00743**

(22) Data de depozit: **18/11/2022**

(41) Data publicării cererii:
28/04/2023 BOPI nr. **4/2023**

(71) Solicitant:

• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,
SPLAȚUL INDEPENDENȚEI NR.202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

• GURBAN ANA-MARIA, STR.SG.NITU
VASILE NR.68, BL.26, SC.1, AP.30,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;

• DONI MIHAELA, BD. CAMIL RESSU
NR. 4, BL. 5, SC. C, AP. 115, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;

• ZAMFIR LUCIAN-GABRIEL,
STR.PISCULUI, NR.13, BL.77, SC.2, ET.3,
AP.69, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;

• JECU MARIA LUIZA, STR.VIESPARILOR,
NR.50, BL.34, SC.1, ET.4, AP.17,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;

• RÄUT IULIANA,
ALEEA BARAJUL BISTRITA NR.12, BL.4,
SC.1, ET.4, AP.54, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;

• CONSTANTIN MARIANA,
ȘOS.COLENȚINA, NR.19, BL.OD57, ET.10,
AP.43, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO

(54) PROCEDEU DE REALIZARE A UNUI SENZOR ELECTROCHIMIC MINIATURIZAT PENTRU DETERMINAREA NITRIȚILOR DIN SOL

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de realizare a unui senzor electrochimic miniaturizat pentru determinarea nitriților din sol. Procedeul, conform inventiei, constă în depunerea, pe suprafața electrodului de lucru din pastă de cărbune al unui senzor serigrafiat realizat pe suport flexibil din material ceramic sau PVC, a unui amestec obținut prin încorporarea de nanotuburi de carbon cu pereți mulți de concentrație 0,2...15 mg/mL într-o

soluție de chitosan cu masă moleculară mică de concentrație 0,02...5% preparată în acid acetic 0,5...10%, senzorul astfel obținut fiind uscat timp de 20...100 minute în etuvă, la o temperatură de 50...130°C.

Revendicări: 3

Figuri: 6

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



OFICIAL DE STAT PENTRU INVENTII SI MARCI	Cerere de brevet de inventie
Nr.	a 2022 00743
	18 -11- 2022
	Data depozit

**PROCEDEU DE REALIZARE A UNUI SENZOR ELECTROCHIMIC MINIATURIZAT
PENTRU DETERMINARE NITRITILOR DIN SOL**

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui senzor electrochimic miniaturizat bazat pe un material electrosenzitiv pentru determinarea sensibilă a nitriților din sol.

Determinarea cantitativă a concentrației de nitrit din sol, din apele de suprafață și de adâncime, prezintă un interes deosebit de crescut datorită potențialului toxic al acestuia, al poluării și contaminării, atât pentru industria alimentară cât și pentru controlul proceselor de remediere. Nitriții și respectiv nitrații reprezintă compușii rezultați în procesul de nitrificare care are loc în sol, proces ce constă în oxidarea biologică a ionilor de amoniu (NH_4^+) imobili la nitrat foarte mobil, prin intermediul nitriților. Procesul de nitrificare este realizat în principal de microorganisme precum *Nitrosomonas sp.* și *Nitrobacter sp.* prezente în populația microbială a solului.

În sistemele agricole, utilizarea îngrășămintelor chimice pe baza de azot este foarte importantă pentru creșterea plantelor, dar nitrificarea rapidă și nereglementată are ca rezultat levigarea nitraților și scăderea disponibilității azotului pentru creșterea plantelor, crescând în acest fel surgerea de azot (N) și poluarea mediului. Utilizarea îngrășămintelor chimice a crescut de 4 ori în ultimii 50 de ani, acest lucru ducând la creșterea pierderilor de azot din sistemele agricole, și astfel conducând la o încărcătură poluantă mai mare.

Excesul de nitriți în mediu are ca rezultat, de asemenea, eutrofizarea diferitelor corpuri de apă și creșterea algelor toxice. Contaminarea cu nitriți a apelor subterane și de suprafață reprezintă preocuparea majoră asociată cu procesul de nitrificare. Astfel, detectarea nitriților, ca indicator al procesului de nitrificare este foarte importantă pentru aplicațiile de mediu și agricole.

Pentru a reduce efectul procesului de nitrificare asupra poluării mediului au fost abordate și dezvoltate diferite strategii pentru gestionarea aplicării îngrășămintelor, cu scopul de a facilita absorbția rapidă a azotului și de a minimiza levigarea și denitrificarea nitratului. Astfel, pentru alegerea unei strategii adecvate este foarte importantă și necesară monitorizarea concentrației de nitrit din sol.

Metodă tradițională de determinare a nitritilor este reprezentată de metoda spectrofotometrică, pe baza reacției Griess, cu sulfanilamidă și N-1-naftilendiamină. Această metodă necesită un control atent al pH-ului fiecarei etape a procesului de detecție, procesul fiind de asemenea afectat de speciile interferente din matricea probei. Mai mult de atât, reactivii utilizați au efecte potențial cancerigene. În laboratoarele standard pentru testarea solului, pentru măsurarea nitritilor se folosesc diferite analizoare automate și soluții de extracție a nitritului din

sol. Metoda standard de extracție a analitului din probă de sol se bazează pe utilizarea unei soluții de 1-2 M KCl drept extractant.

Numeroase teste analitice propuse pentru cuantificarea nitriților cuprind tehnici sofisticate, cum ar fi cromatografia ionică, chemiluminiscență, spectrofotometria, polarografia, electroforeza capilară, cromatografia în gaz cuplată cu spectrometria de masă (GC-MS) sau spectroscopia de fluorescență. Majoritatea acestor tehnici analitice prezintă limitări importante, precum: etape de pretratare a probelor, susceptibilitate la interferențe ale matricei, limite de detecție insuficiente, timp crescut de analiză, portabilitate redusă și incapacitate de a determina în timp real nitriții direct în sol.

Astfel, metodele electrochimice de detecție reprezintă alternative foarte convenabile pentru determinarea nitriților, precum și a unei varietăți mari de analiți din mediu, prezentând numeroase avantaje față de metodele amintite mai sus, atât în ceea ce privește costul, cât și timpul de analiză. Nitriții sunt specii electroactive care pot fi oxidate direct la suprafața unui electrod de platină polarizat la cca. +0,9 V vs Ag/AgCl. Deși există electrozi comerciali ion-selectivi pentru nitriți și nitrați, aceștia nu sunt suficient de robusti și nu sunt caracterizați prin limite de detecție suficient de coborâte. Din moment ce potențialul de oxidare a nitritului este ridicat, mulți alți compuși electroactivi prezenți în mediul complex pot interfera în analiza nitriților.

În literatura de specialitate sunt prezentate metode de determinare electrochimică a nitritului, atât prin reducerea cât și prin oxidarea acestuia. Cele mai multe metode electrochimice raportate implică oxidarea anodică directă a nitritului la suprafața diferitelor tipuri de electrozi solizi, cum ar fi cărbune sticlos, platină, diamant, aur și oxizi ai metalelor tranziționale. Utilizarea acestor tipuri de senzori este limitată deoarece numeroase specii electroactive interferente pot otrăvi (pasiva) suprafața electrodului, ceea ce duce la scăderea sensibilității și acurateței detecției de nitriți.

Brevetul **WO1995/000842A1** descrie realizarea unui dispozitiv ce conține un senzor electrochimic pe bază de electrod donor de hidrogen, hidrură de paladiu pentru determinarea contaminanților sau a poluanților dintr-o probă lichidă, în special, dar nu exclusiv, a substanțelor azotate sau care conțin oxizi de azot, nitrați, amoniac, amoniul sau fosfați, azine și dimetilsulfură. Sistemul descris de autori conține trei unități electronice incorporate într-un dispozitiv, un potențiosstat, un generator de unde și o unitate de condiționare. Potențiosstatul și generatorul de undă asigură menținerea potențialului electrodului de lucru, într-un domeniu de potențial cuprins între -1.8 și +1 V, față de electrodul de referință, cu o scanare liniară a potențialului de 1 până la 300 mV/sec. Dispozitivul descris este complex și complicat, neputând fi operat și controlat de un simplu tehnician, necesitând personal specializat. De asemenea, electrozii sunt afectați de

procesele de oxidare ale compușilor din matricea de analiză, necesitând recondiționare după o perioadă de timp.

Brevetul **US2013/8444937B2** descrie determinarea in-situ a concentrației ionilor de nitrat din soluție de sol cu ajutorul unui electrod ion-selectiv pentru nitrat și o sondă optică (UV) cu fibră optică (UV). Sonda in-situ constă dintr-un tub cu un capăt distal poros care este imersat în sol pentru a extrage soluția solului. În această sondă poate fi introdus electrodul ion-selectiv pentru nitrat sau sonda optică cu transflexie capabilă să măsoare absorbanța în intervalul 235-240 nm. Sonda scufundată cu transflexie permite semnalului luminos de intrare să treacă prin soluția de măsurare pentru a fi măsurat un semnal de ieșire. Pentru lumina de intrare a fost utilizată ca sursă o lampă cu deuteriu, iar un spectrometru optic a fost utilizat pentru măsurarea semnalului de ieșire. Dezavantajele acestui dispozitiv sunt reprezentate de metoda laborioasă de extragere a soluției solului, afectarea determinarilor optice de către matricea solului, precum și de metodele laborioase de realizare a sondelor și a determinărilor propriu-zise.

Brevetul **US8609425B2/2013** descrie determinarea cantitativă a ionilor de nitrat/nitrit din mai multe tipuri de probe de apă prin reducerea fotochimică cu clorură de amoniu (NH_4Cl) și acid etilendiaminotetraacetic (EDTA), fără utilizarea de materiale toxice precum cadmiul și hidrazina. Astfel, proba de apă amestecată cu o soluție tampon care include săruri de amoniu și EDTA este trecută printr-un tub de politetrafluoroetenă (PTFE), tub iradiat cu ajutorul unei lămpi de mercur de joasă presiune, operată la o lungime de undă de 254 nm. Astfel, are loc conversia fotochimică a ionilor de nitrat și nitriți (NO_x) în specii detectabile, iar concentrația de azot generată este determinată prin diazotare folosind sulfanilamidă, urmată de cuplarea cu N-(1-naftil)etilendiamina, producând un compus colorat care este detectat la o lungime de undă de 540 nm folosind un colorimetru. Aceasta metodă este foarte laborioasă, conducând la determinarea unei concentrații totale de nitrati/nitriți și nu la o determinare a fiecărui compus în parte.

În literatură este descris un număr redus de dispozitive analitice bazate pe electrozi de lucru din diferite materiale [M. Badea, A. Amine, G. Palleschi, D. Moscone, G. Volpe, A. Curulli, J. Electroanal. Chem. 2001, 509, 66-72; M. Badea, A. Amine, M. Benzine, A. Curulli, D. Moscone, A. Lupu, G. Volpe, G. Palleschi, Microchim. Acta 2004, 147, 51-58] sau pe electrozi modificați cu diferite nanomateriale și nanomateriale compozite [S.-J. Li, G.-Y. Zhao, R.-X. Zhang, Y.-L. Hou, L. Liu, H. Pang, Microchim. Acta 2013, 180, 821-827; B. Thirumalraj, S. Palanisamy, S.-M. Chen, D.-H. Zhao, J. Colloid Interface Sci. 2016, 478, 413-420; H. Yu, R. Li, K.-I. Song, Microchim. Acta 2019, 186, 624] pentru determinarea nitritului în ape de râu sau produse alimentare.

Cu toate acestea, aplicarea acestor senzori este limitată, deoarece diferite specii otrăvesc suprafața electrozilor și prin urmare scad sensibilitatea și acuratețea determinării nitriților. De

asemenea, senzorii electrochimici raportați până acum operează la o valoare ridicată a potențialului de lucru, oxidarea nitritului realizându-se împreună cu alte specii interferente din matricea analizată.

În acest sens, pentru a preveni otravirea suprafeței electrosensibile și pentru a minimiza efectele speciilor interferente este necesară realizarea unui material electrosensibil care să permită determinarea rapidă și sensibilă a nitriților din soluția solurilor, prin operare la un potențial scăzut.

Problema tehnică pe care o rezolvă această invenție constă în realizarea unui senzor electrochimic miniaturizat, modificat cu un material electrosenzitiv obținut prin încorporarea unui nanomaterial allotrop de carbon (de tip 2D), anume nanotuburi de carbon cu pereți mulți (MWCNT) într-un polimer cu masă moleculară mică, chitosan. Acest material a fost depus pe suprafața electrodului de lucru realizat din pastă de cărbune imprimată pe suport ceramic sau PVC, permitând determinarea sensibilă a nitritului din probe de sol, pe baza utilizării detecției electrochimice.

Procedeul de realizare a materialului electrosensibil a constat în amestecarea unei cantități de 0,2....15 mg MWCNT cu o soluție de chitosan cu masă moleculară scăzută de concentrație 0,02....5% realizată în acid acetic de concentrație 0,5.....10%. După ce acest amestec a fost ultrasonat, într-o baie de ultrasonare, timp de 10....160 minute, un volum de 2....20 μL a fost depus pe suprafața electrodului de lucru din pasta de cărbune. Senzorul astfel obținut a fost uscat timp de 20....100 minute în etuvă, la o temperatură de 50....130 °C.

Metoda de determinare a nitritului din probe de soluție de sol conform invenției constă în utilizarea unei platforme electrosenzitive, procesul de oxidare a nitritului la suprafața senzorului fiind monitorizat direct prin detecție electrochimică.

În general, senzorii electrochimici bazați pe alte tipuri de electrozi de lucru (platina, carbon, aur, etc) prezintă inconvenientul că permit oxidarea nitritului la valori ridicate ale potențialului aplicat, permitând în același timp oxidarea altor compuși interferenți din matricea probei analizate. Pentru a depăși acest dezavantaj se folosește un nanomaterial, încărcat cu sarcină electrică pozitivă care avantajează captarea și oxidarea ionilor de nitrit la suprafața senzorului electrochimic, la o valoare scăzută a potențialului aplicat, evitând astfel oxidarea speciilor interferente.

Detectia electrochimică a nitritului este realizată amperometric prin măsurarea curentului rezultat în urma reacției de oxidare a acestuia la suprafața senzorului polarizat la -0,2V....+0,7 V, în tampon acetat-fosfat pH 3,5.....8.

Procedeul de obținere a platformei electrosenzitive și metoda de analiză pot fi utilizate pentru determinarea concentrației ionilor de nitrit din orice tip de sol, cu pH-ul variind de la

mediul acid, la neutru și respectiv până la bazic. Având în vedere variabilitatea solurilor și a pH-ului acestora, pentru aplicarea metodei de analiză este necesară realizarea graficului de calibrare pentru fiecare domeniu de pH. Graficul de calibrare pentru nitrit se realizează prin plasarea senzorului electrochimic modificat conform invenției într-o celulă electrochimică ce conține tampon acetat-fosfat cu pH 3,5....8, înregistrându-se semnalul de bază al senzorului pentru valori ale potențialului aplicat de la -0,2 V.....+0,7 V față de electrodul de referință din Ag. După stabilizarea semnalului de bază, se efectuează adiții succesive a unor soluții de nitrit de sodiu de concentrații diferite și se înregistrează semnalul analitic corespunzător fiecărei concentrații adăugate. Graficul de calibrare se obține prin reprezentarea grafică a diferenței dintre semnalul analitic înregistrat pentru fiecare concentrație de nitrit (I_{NO_2}) și semnalul electrochimic înregistrat pentru linia de bază (I_{blank}), anume $I_{NO_2}-I_{blank}$, în funcție de concentrația nitritului de sodiu standard utilizat, graficul obținut corespunzând unei ecuații matematice cu 2 parametrii.

Analiza unei probe de soluție a solului ce conține o cantitate necunoscută de nitriți se realizează prin înregistrarea într-o primă fază a pH-ului. După înregistrarea valorii de pH, pe suprafața senzorului realizat conform invenției, se plasează un volum de 50....500 μ L soluție tampon fosfat-acetat și se înregistrează semnalul de bază prin polarizarea senzorului la o valoare de potențial de -0,2 V....+0,7 V. După înregistrarea semnalului de bază, notat cu I_{blank} , suprafața senzorului se spală cu apă distilată și senzorul este introdus în soluția solului, înregistrându-se semnalul corespunzător concentrației de nitriți aflată în proba analizată, semnal notat cu I_{NO_2} . Concentrația de nitriți este calculată prin interpolarea diferenței $I_{NO_2}-I_{blank}$ pe graficul de calibrare corespunzător pH-ului solului.

Regenerarea suprafeței active a senzorului modificat conform invenției cu nanomaterialul electrosenzitiv se realizează printr-un procedeu simplu, anume prin imersarea senzorului utilizat în detecția nitriților din soluția solului în tampon fosfat-acetat cu pH 3...8 și efectuarea unui număr de 5...20 cicluri de scanare a potențialului în domeniul +1,5.....-1,5 V vs Ag/AgCl, cu o viteză de scanare de 20...200 mV/sec utilizând un potențiosstat/galvanostat, până la dispariția picului anodic corespunzător oxidării nitriților.

Avantajele acestei invenții sunt următoarele:

- Platforma electrosenzitivă este ușor de realizat, și anume filmul de polimer cu masă moleculară mică, chitosan, în care sunt încorporate nanotuburile de carbon cu pereți multiplii (MWCNT) se depune pe suprafața activă a unui electrod de lucru serigrafiat din pastă de carbune;
- Procedeul de obținere al filmului polimeric încorporând nanotuburile de carbon cu pereți multiplii este simplu, reproductibil și ieftin;

- Metoda de analiză a nitriților utilizând senzorul miniaturizat și flexibil modificat cu nanomaterialul electrosenzitiv este sensibilă și precisă, fără a fi afectată de alte specii interferente.
- Procedeul de regenerare a suprafeței active a senzorului miniaturizat obținut conform inventiei este simplu de realizat, putând fi ușor controlat.
- Metoda de determinare a nitriților bazată pe detecția electrochimică utilizând senzorul electrochimic miniaturizat realizat conform inventiei poate fi utilizat pentru probe complexe de soluție de sol, nefiind necesare etape suplimentare de purificare a acestora.

În continuare, referitor la Figurile 1...6 este prezentat modul de aplicare a inventiei pentru determinarea nitritului din soluția solului.

Figura 1 prezintă stabilitatea stratului de nanomaterial la suprafața activă a electrodului de lucru determinată prin înregistrarea a unui numar de 20 voltamograme ciclice într-o soluție de tampon acetat de concentrație 0,1 M, pH 5 conținând nitrit de sodiu de concentrație 1 mM, cu o viteză de scanare a potențialului de 50 mV/sec. Se observă că stratul de nanomaterial depus pe suprafața electrodului de lucru prezintă o stabilitate ridicată, demonstrată de suprapunerea voltamogramelor înregistrate și menținerea picului de oxidare atribuit oxidării nitritului la aceeași valoare de potențial anodic, fără scăderea intensității curentului anodic.

Pentru determinarea cu acuratețe a nitritului în soluri cu diferite valori ale pH-ului, este necesară optimizarea potențialului de lucru cu senzorul dezvoltat conform inventiei. În **Figura 2** sunt reprezentate voltamogramele înregistrate pentru senzorul electrochimic dezvoltat conform inventiei, introdus în soluții de tampon acetat de concentrație 0,1 M, cu valori ale pH-ului de 4 și respectiv 5, și tampon fosfat salin cu concentrația de 0,1 M, cu valori ale pH-ului de 6 și respectiv 7, conținând nitrit de sodiu în concentrație de 1 mM.

Folosind valorile de potențial optime a fost realizată calibrarea senzorului redată în **Figura 3** și au fost obținute dreptele de calibrare pentru nitrit din **Figura 4**, utilizând senzorul electrochimic miniaturizat realizat conform inventiei și detecția amperometrică pentru diferite valori de pH. Astfel, determinarea nitritului se poate realiza într-un domeniu de concentrații cuprins între 0,015.....3,45 mM, cu o sensibilitate specifică de 100.....205 mA·M⁻¹·cm⁻² și o limită de detecție de 0,5...14,9 µM analit. Limita de cuantificare a nitritului utilizând senzorul realizat conform inventiei este de 3.....9 µM.

Figura 5 prezintă regenerarea suprafeței senzorului electrochimic utilizat pentru detecția nitritului, prin realizarea a 12 cicluri de scanare a potențialului în domeniul cuprins între -1,2 V și +1 V vs Ag/ACl, cu o viteză de scanare de 50 mV/sec. Se observă că picurile anodice și catodice corespunzătoare oxidării nitritului și respectiv reducerii produsului de reacție, scad în

intensitate până la dispariția acestora, demonstrând regenerarea suprafeței senzorului modificat cu nanomaterialul realizat conform invenției.

Figura 6 prezintă studiile de selectivitate realizate cu senzorul dezvoltat conform invenției în tampon fosfat-acetat pH 4,5....8, în prezența unor compuși potențial interferenți în concentrații de 10....250 μM , la potențialele de polarizare optimizate. Răspunsul amperometric înregistrat pentru adiții succesive de nitrit de sodiu și respectiv specii interferente a fost exprimat ca procent din semnalul înregistrat în doar pentru 10...200 μM nitrit de sodiu. Se observă că în prezența speciilor interferente răspunsul amperometric al senzorului realizat conform invenției nu prezintă o variație semnificativă, senzorul prezentând cea mai mare valoare a intensității curentului înregistrat pentru adiția analiticului de interes, nitrit de sodiu. Prin aceasta se demonstrează ca senzorul dezvoltat conform acestei invenții prezintă o selectivitate ridicată pentru detecția nitritului din soluția solului.

În continuare sunt prezentate două exemple de realizare a senzorului miniaturizat electrochimic conform descrierii invenției.

Exemplul 1

Un amestec de chitosan cu masă moleculară mică și concentrație 0,5% realizat în acid acetic 2%, încorporând nanotuburi de carbon cu pereți multiplii (MWCNT) în concentrație de 5 mg/mL a fost depus pe suprafața unui electrod de lucru din pastă de cărbune depus pe suport flexibil de PVC, prin plasarea pe suprafața electroactivă a acestuia a unui volum de 10 μL amestec. Senzorul astfel modificat a fost uscat în etuvă pentru 60 minute, la o temperatură de 65°C. Sensibilitatea senzorului electrochimic bazat pe filmul polimeric încorporand MWCNT pentru detecția nitritului este de 25,68 $\mu\text{A}/\text{mM}$ pentru pH 5, de 16,07 $\mu\text{A}/\text{mM}$ pentru pH 6 și respectiv 13,96 $\mu\text{A}/\text{mM}$ pentru pH 7.

Exemplul 2

Un amestec de chitosan cu masă moleculară mică și concentrație 1% realizat în acid acetic 2%, încorporând 1 mg/mL nanotuburi de carbon cu pereți multiplii (MWCNT) a fost depus pe suprafața electrodului de lucru din pastă de cărbune realizat pe suport ceramic, prin plasarea pe suprafața electroactivă a acestuia a unui volum de 10 μL amestec. Senzorul modificat cu aceasta compoziție de nanomaterial a fost uscat în etuvă pentru 45 minute la o temperatură de 65 °C. Sensibilitatea senzorului electrochimic astfel realizat pentru detecția nitritului este 11,52 $\mu\text{A}/\text{mM}$ pentru pH 5, pentru pH 6 este 2,01 $\mu\text{A}/\text{mM}$ și respectiv 1,03 pentru pH 7.

REVENDICĂRI

1. Procedeu de obținere a unui senzor electrochimic miniaturizat pentru determinarea selectivă a nitritului din soluția solului bazată pe un material electrosenzitiv, **caracterizat prin aceea că** o soluție de chitosan cu masa moleculară mică de concentrație 0,02...5% preparat în acid acetic 0,5...10% se amestecă cu nanotuburi de carbon cu pereți multipli de concentrație 0,2....15 mg/mL până la obținerea unei soluții omogene, care se depune pe suprafața electrodului de lucru din pastă de cărbune al unui senzor serigrafiat realizat pe suport din material ceramic sau PVC, prin pipetarea a 2...20 µL și se usucă la o temperatură de 50...130 °C, timp de 20...100 minute în etuvă, senzorul obținut păstrându-se la temperatura camerei în exicator pâna la utilizare.
2. Senzor electrochimic realizat conform **revendicării 1, caracterizat prin aceea că**, posedă o componentă electroactivă formată dintr-o matrice polimerică de chitosan ce încorporează nanotuburi de carbon cu pereți multiplii, depusă fizic pe suprafața activă a electrodului de lucru din pastă de cărbune al unui senzor serigrafiat realizat pe suport ceramic sau PVC.
3. Metodă de analiză a nitriților din soluția solului, **caracterizată prin aceea că** senzorul electrochimic conform **revendicării 2**, se plasează în soluția solului, se polarizează la un potențial în intervalul +0,4....+0,7 V vs Ag/AgCl, corespunzător pH-ului soluției solului, se înregistrează valoarea curentului anodic, care se interpolează pe curba de calibrare, răspunsul amperometric al senzorului electrochimic fiind direct proporțional cu concentrația nitritului din proba analizată.

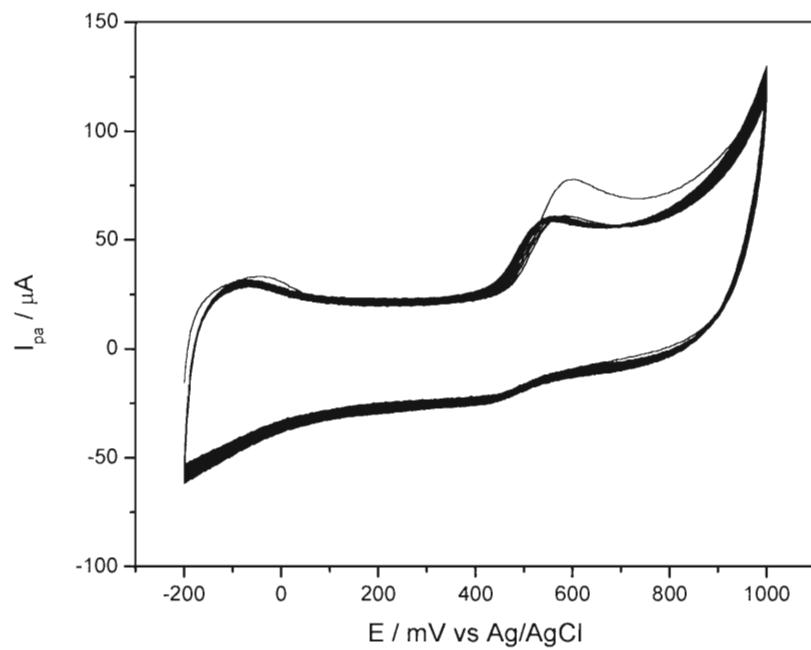


Figura 1

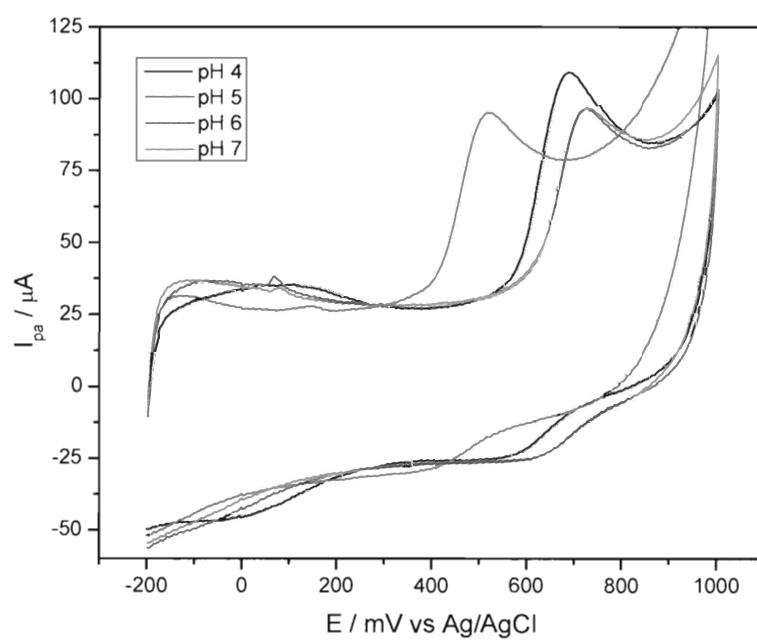


Figura 2

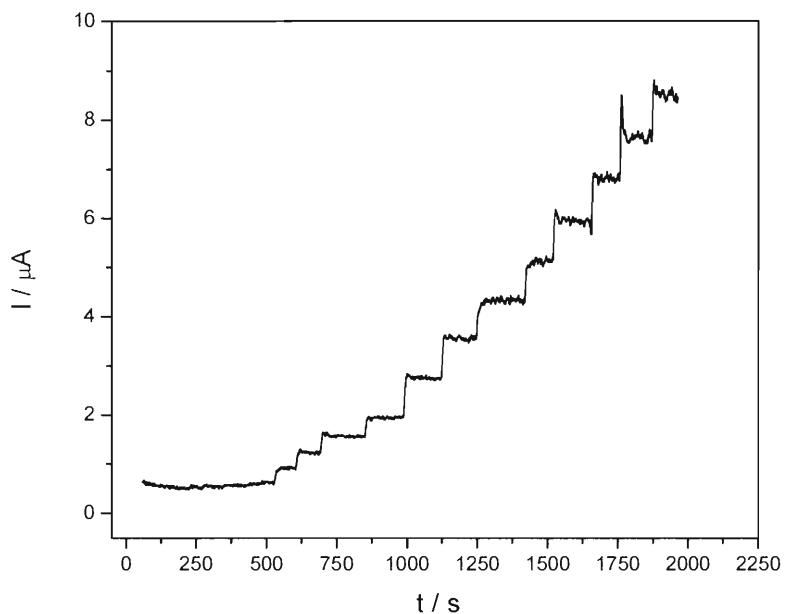


Figura 3

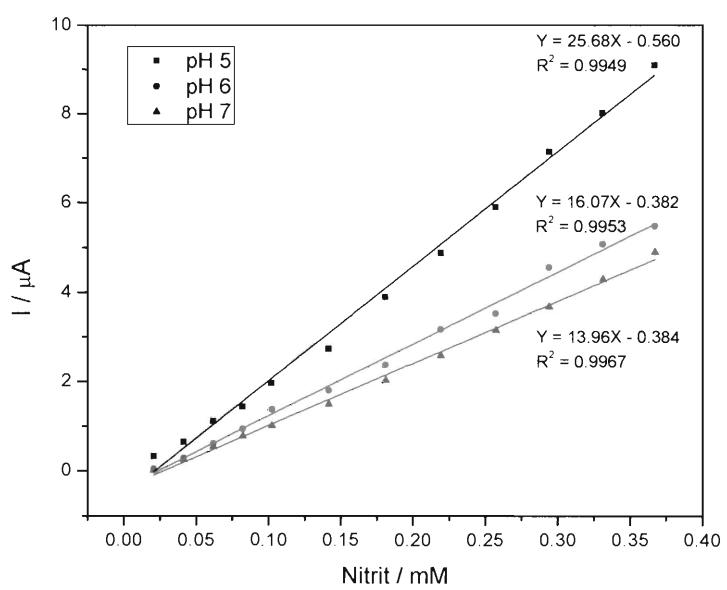
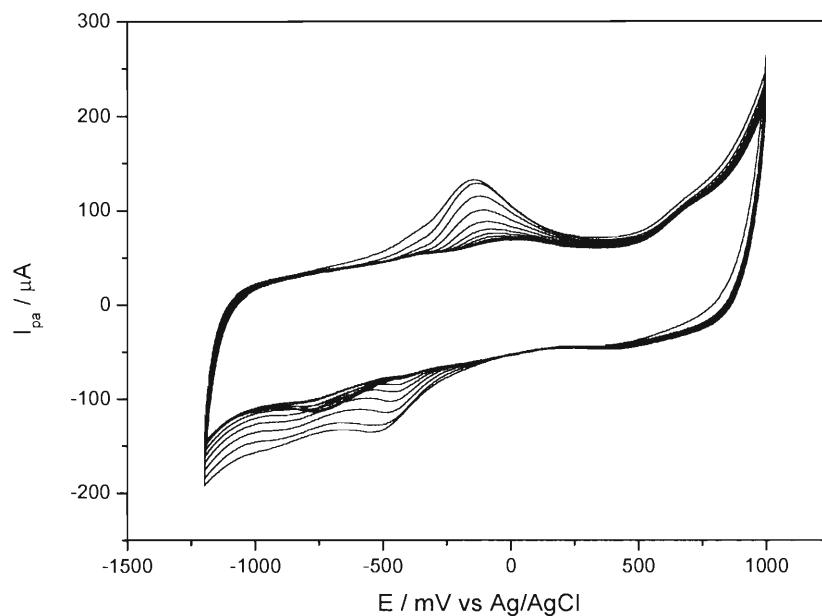
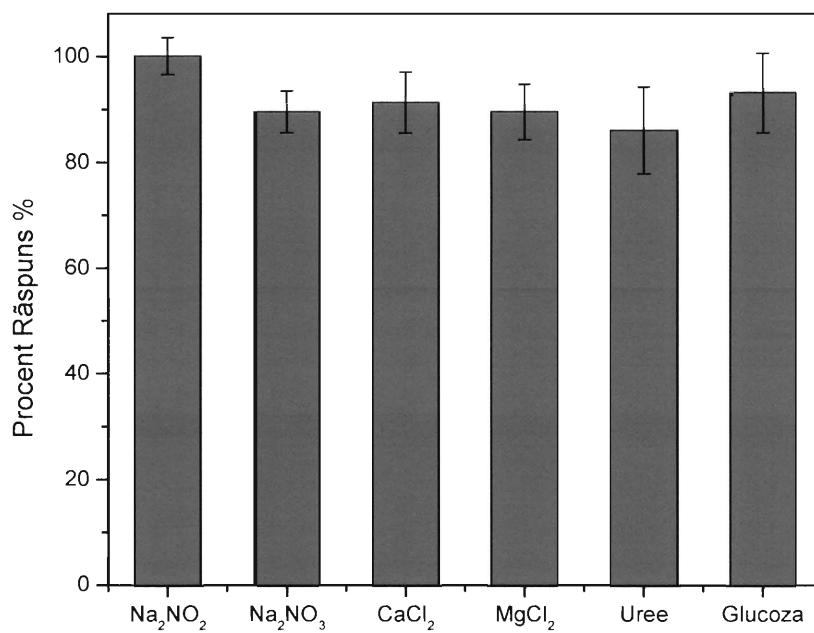


Figura 4

**Figura 5****Figura 6**