

Application Note AN-T-226

Bestimmung funktioneller Gruppen in Graphit und Graphenoxid

Genaue und selektive Quantifizierung von Phenolen, Lactonen und Carboxylaten durch Boehm-Titration

Die Boehm-Titration ist eine quantitative Analyse der funktionellen Gruppen auf der Oberfläche von Kohlenstoffmaterialien auf der Grundlage ihrer Reaktionen mit basischen Lösungen von NaHCO_3 ($\text{pK}_a = 6,4$), Na_2CO_3 ($\text{pK}_a = 10,3$) und NaOH ($\text{pK}_a = 15,7$). Dies ist eine kostengünstige Methode, die absolute Werte mit hoher Präzision für die zugänglichen, hauptsächlich sauerstoffhaltigen funktionellen Gruppen auf der Oberfläche liefert. Ursprünglich wurde die Boehm-Titration für Kohlenstoffmaterialien wie Leitfähigkeitsruß (CCB), Aktivkohle, porösen Kohlenstoff und Graphit entwickelt. Moderne kohlenstoffbasierte Materialien

wie Graphen, Graphenoxid (GO) oder Kohlenstoffnanoröhren können ebenfalls auf diese Weise analysiert werden. GO ist ein zweidimensionales Nanomaterial auf Kohlenstoffbasis mit einem hohen Gehalt an funktionellen Gruppen. Es wird hauptsächlich zur Bildung von reduziertem Graphenoxid (RGO) verwendet (z. B. exfoliertes Graphen), einem modernen High-End-Material mit bemerkenswerten mechanischen und elektrischen Eigenschaften, das in Nanozellen, Detektoren, nanoskaligen leitfähigen Bauelementen, Batterien und mehr eingesetzt wird.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Probenmaterialien werden in verschiedene Bechergläser eingewogen und reagieren zwei Tage lang mit zugesetzter Bikarbonat-, Karbonat- oder

Natriumhydroxidlösung. Für jede Basislösung müssen auch Blindproben vorbereitet werden.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Aliquote der Blindprobe und der Probe wurden gegen Salzsäurelösung bis nach dem letzten Äquivalenzpunkt titriert (**Abbildung 2**).



Abbildung 1. OMNIS-Titrator mit digitaler pH-Elektrode und Dosiermodul.

ERGEBNISSE

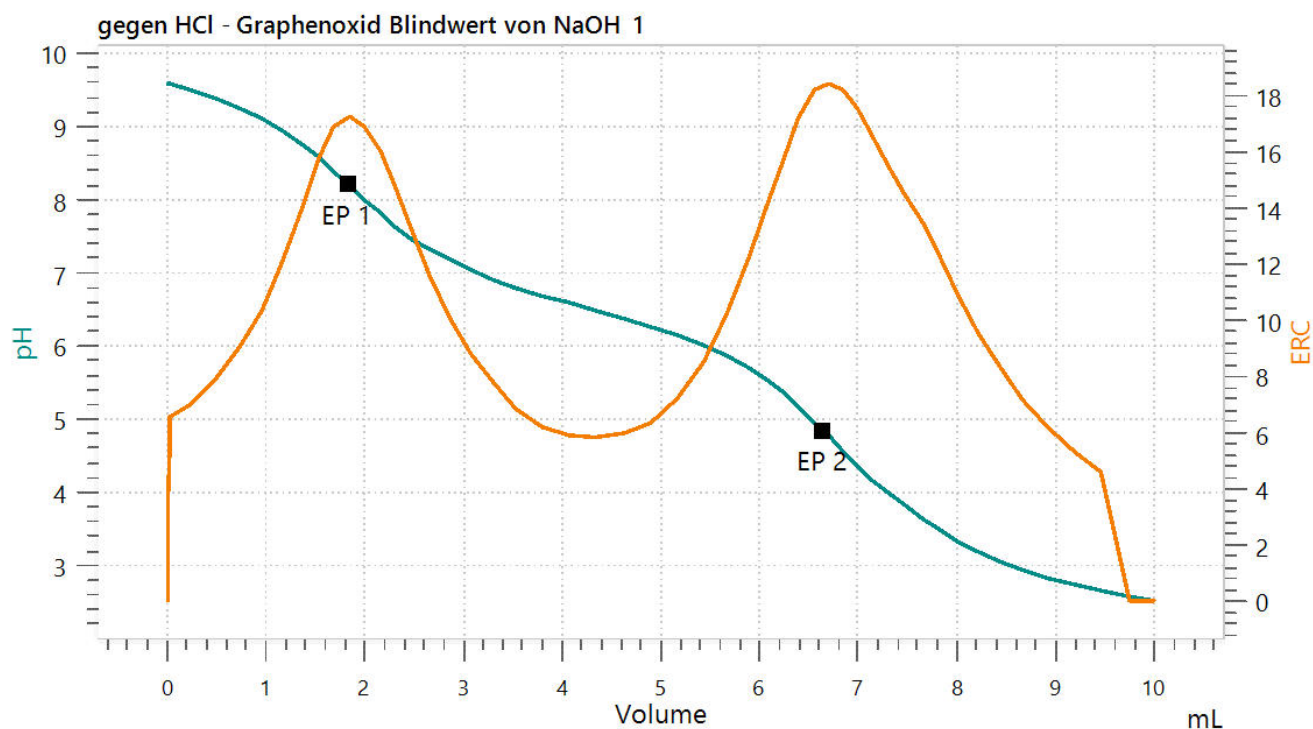


Abbildung 2. Beispielhafte Titrationskurve eines Aliquots von GO in NaOH-Lösung mit HCl als Titriermittel.

Tabelle 1. Zusammengefasste Ergebnisse für die Bestimmung funktioneller Gruppen durch Boehm-Titration von Graphit und GO.

Basislösung (n = 3)	Funktionelle Gruppen in Graphit (mmol/g)	Funktionelle Gruppen in GO (mmol/g)
Natriumhydroxid	0.1982	5.7354
Natriumcarbonat	0.0628	4.1399
Natriumbicarbonat	0.0452	3.6967

FAZIT

Die Boehm-Titration ist die einfachste und kostengünstigste Methode zur Quantifizierung der Anzahl funktioneller Gruppen auf Kohlenstoffmaterialien. Wie erwartet, ist die Anzahl der funktionellen Gruppen auf GO im Vergleich zu Graphit deutlich höher (30-mal). Daher ermöglicht diese Methode eine Qualitätskontrolle von

Materialien auf Kohlenstoffbasis, und durch die Verwendung der High-End-Plattform OMNIS werden die Ergebnisse direkt berechnet und angezeigt. Darüber hinaus kann die Analyse auch automatisiert werden, was menschliche Fehlerquellen reduziert und einen höheren Probendurchsatz ermöglicht.

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



OMNIS Advanced Titrator mit Magnetrührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch). Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Stabrührer erweitert werden. Bei Bedarf kann der OMNIS Advanced Titrator über eine entsprechende Software-Funktionslizenz für parallele Titration aufgerüstet werden.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Anschlussmöglichkeit für einen Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrößen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



OMNIS Dosing Module ohne Rührer

Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



dEcotrode Plus

Digitale, kombinierte pH-Elektrode für OMNIS.

Die Elektrode eignet sich für wässrige Säure/Base-Titrationen.

Das Festschliffdiaphragma ist gegen Verschmutzung unempfindlich.

Referenzelektrolyt: $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$, Aufbewahrung in Aufbewahrungslösung.

dTrodes können an OMNIS Titratoren verwendet werden.