

Application Note AN-T-226

Determinación de grupos funcionales en grafito y óxido de grafeno

Cuantificación precisa y selectiva de fenoles, lactonas y carboxilatos mediante titulación de Boehm

La titulación de Boehm es un análisis cuantitativo de grupos funcionales en la superficie de los materiales de carbono en base a sus reacciones con soluciones básicas de NaHCO_3 ($\text{pK}_\text{a} = 6,4$), Na_2CO_3 ($\text{pK}_\text{a} = 10,3$) y NaOH ($\text{pK}_\text{a} = 15,7$). Este es un método rentable que da valores absolutos con alta precisión de lo accesible, principalmente grupos funcionales que contienen oxígeno en la superficie. Originalmente, la titulación de Boehm se desarrolló para materiales de carbono como el negro de carbón conductor (CCB), carbón activado, carbón poroso y grafito. Materiales

modernos a base de carbono como el grafeno, el óxido de grafeno (GO) o el carbono Los nanotubos también se pueden analizar de esta manera. IR es un nanomaterial bidimensional a base de carbono que contienen altas cantidades de grupos funcionales. Está utilizado principalmente para formar óxido de grafeno reducido (RGO) (por ejemplo, grafeno exfoliado) como un moderno de gama alta material con notables propiedades mecánicas y eléctricas, aplicado en nanoceldas, detectores, dispositivos conductores a nanoescala, baterías y más.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE MUESTRA

Los materiales de muestra se pesan en diferentes vasos de precipitados de vidrio para reaccionar con bicarbonato añadido, solución de carbonato o

hidróxido de sodio durante dos días. También se deben preparar muestras en blanco para cada solución base

EXPERIMENTO

Se titularon alícuotas del blanco y la muestra, contra la solución de ácido clorhídrico hasta después de la última Punto de equivalencia (**Figura 2**).

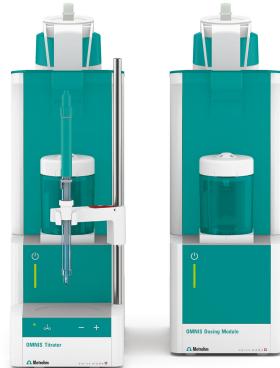


Figure 1. Valorador OMNIS con electrodo de pH digital y módulo de dosificación.

RESULTADOS

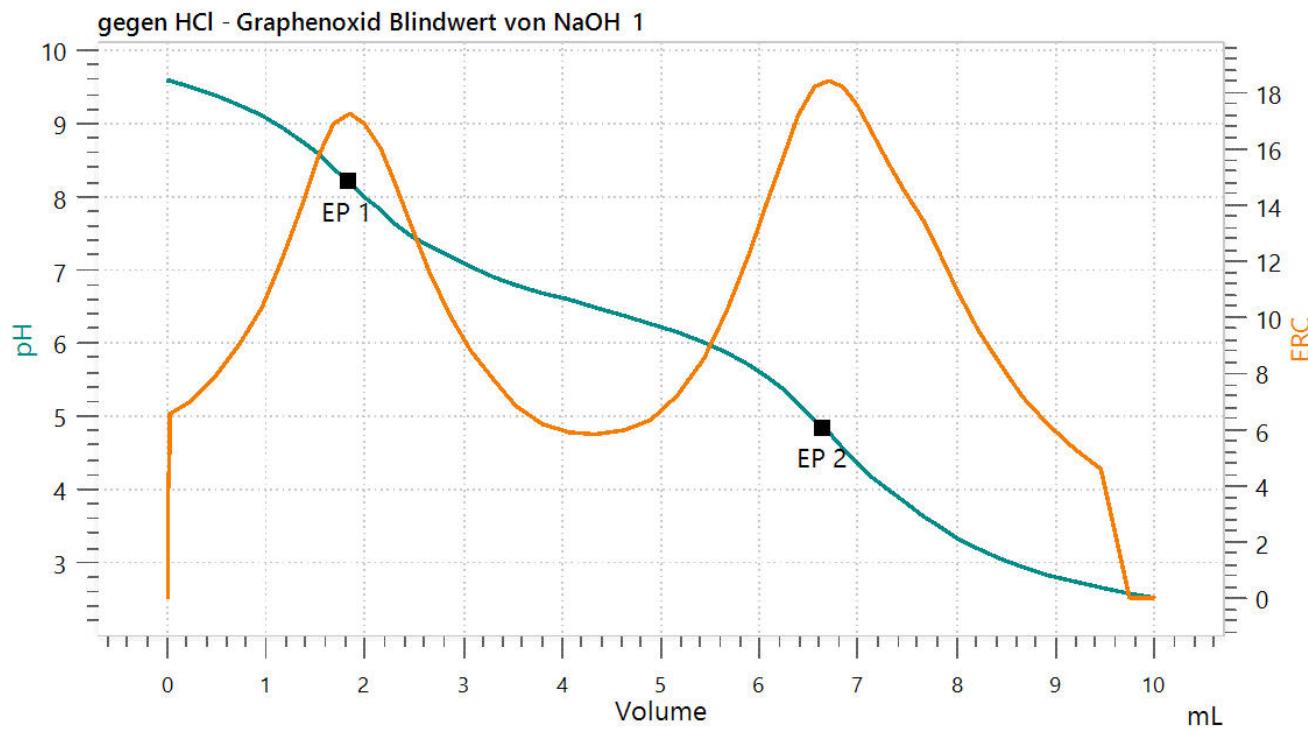


Figure 2. Ejemplo de curva de valoración de una alícuota de GO en solución de NaOH con HCl como valorante.

Tabla 1. Resultados resumidos para la determinación de grupos funcionales por titulación de Boehm de grafito y GO.

Base solución (n = 3)	Grupos funcionales en grafito (mmol/g)	Funcional grupos en GO (mmol/g)
Sodio hidróxido	0,1982	5,7354
Sodio carbonato	0,0628	4,1399
Sodio bicarbonato	0,0452	3,6967

CONCLUSION

La titulación de Boehm es la más fácil y rentable manera de cuantificar el número de grupos funcionales en materiales de carbono. Como era de esperar, la cantidad de grupos funcionales encontrados en GO es significativamente mayor (30 veces) en comparación con el grafito. Por lo tanto, este El método permite el control de calidad de los

productos a base de carbono. materiales, y mediante el uso de OMNIS de gama alta plataforma, los resultados se calculan directamente y desplegado. Además, el análisis también puede ser automatizado reduciendo las fuentes de error humano y lo que permite un mayor rendimiento de la muestra.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



OMNIS Advanced Titrator con agitador magnético

El OMNIS Titrator es un aparato potenciométrico, modular e innovador para el funcionamiento en modo "Stand alone" o como elemento central de un sistema de titulación OMNIS para la titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica). Gracias a la tecnología de adaptador de líquido 3S, resulta más seguro que nunca para el manejo de los productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se puede añadir un agitador de varilla. Si es necesario, el OMNIS Advanced Titrator se puede equipar con la correspondiente licencia funcional de software para la titulación en paralelo.

- Control a través de PC o red local
- Posibilidad de conexión de hasta cuatro módulos de titulación o dosificación más para otras aplicaciones o soluciones auxiliares
- Posibilidad de conexión de un agitador de varilla
- Diferentes tamaños de cilindro disponibles: 5, 10, 20 o 50 mL
- Adaptador líquido con tecnología 3S: manejo seguro de productos químicos, transferencia automática de los datos originales del reactivo del fabricante

Modo de medida y opciones de software:

- Titulación a punto final: licencia funcional "Basic"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica): licencia funcional "Advanced"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica) con titulación en paralelo: licencia funcional "Professional"



OMNIS Dosing Module sin agitador

Módulo de dosificación para la conexión de un titulador OMNIS para incluir una bureta adicional de titulación/dosificación. Se puede ampliar con un agitador magnético o de varilla para su uso como stand de titulación independiente. Libre selección de la unidad de cilindro con 5, 10, 20 o 50 mL.



dEcotrode Plus

Electrodo pH combinado digital para OMNIS.

Este electrodo es apto para titulaciones ácido-base acuosas.

El diafragma esmerilado fijo es resistente a la contaminación.

Electrolito de referencia: $c(KCl) = 3 \text{ mol/L}$, conservación en solución de conservación.

Los dTrodes se pueden utilizar en OMNIS Titrator.