

Application Note AN-T-226

# Determination of functional groups in graphite and graphene oxide

Accurate and selective quantification of phenols, lactones, and carboxylates via Boehm titration

Boehm titration is a quantitative analysis of functional groups on the surface of carbon materials based on their reactions with basic solutions of  $\text{NaHCO}_3$  ( $\text{pK}_a = 6.4$ ),  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ( $\text{pK}_a = 10.3$ ), and  $\text{NaOH}$  ( $\text{pK}_a = 15.7$ ). This is a cost-efficient method that gives absolute values with high precision of the accessible, mainly oxygen-containing functional groups on the surface. Originally, Boehm titration was developed for carbon materials like conductive carbon black (CCB), activated carbon, porous carbon, and graphite.

Modern carbon-based materials like graphene, graphene oxide (GO), or carbon nanotubes can also be analyzed this way. GO is a carbon-based two-dimensional nanomaterial containing high amounts of functional groups. It is mainly used to form reduced graphene oxide (RGO) (e.g. exfoliated graphene) as a modern high-end material with remarkable mechanical and electrical properties, applied in nanocells, detectors, nanoscaled conductive devices, batteries, and more.

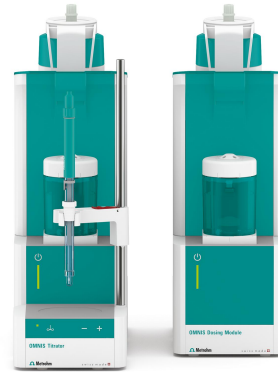
## SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

The sample materials are weighed into different glass beakers to react with added bicarbonate, carbonate,

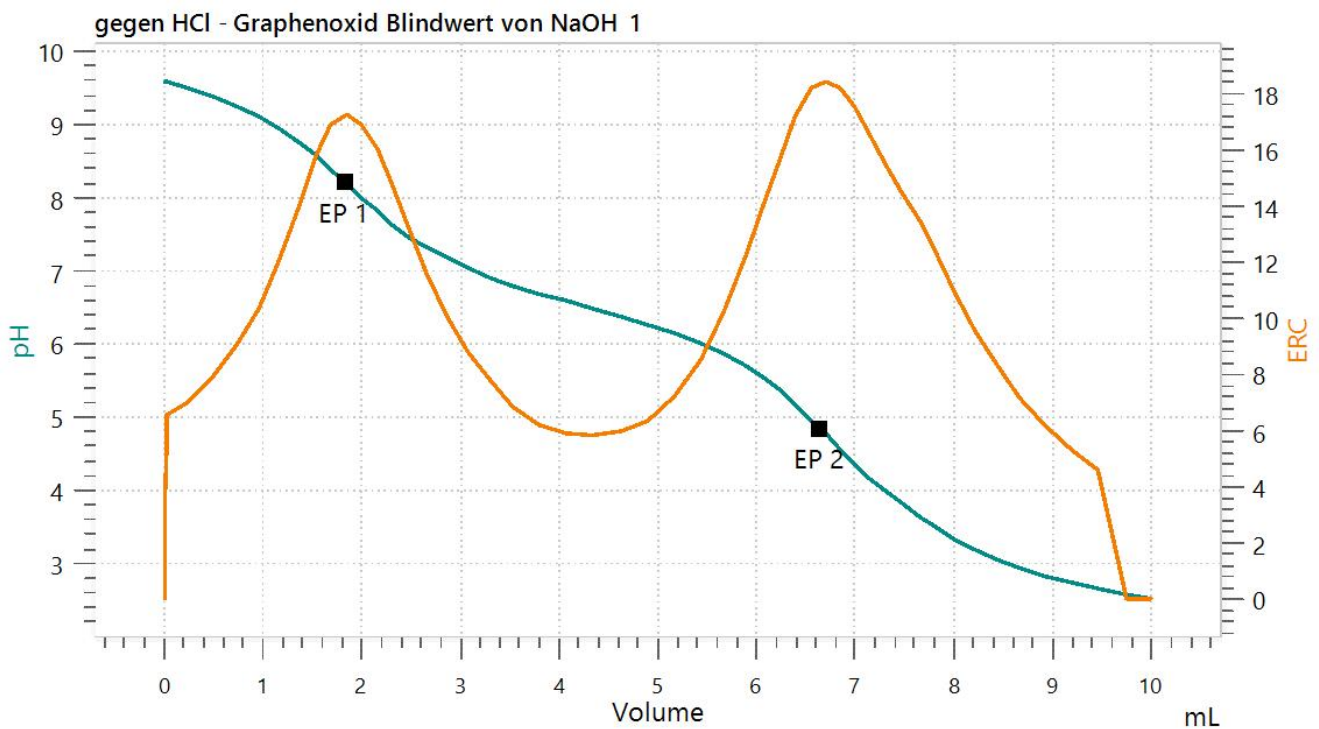
or sodium hydroxide solution for two days. Blank samples must also be prepared for each base solution.

## EXPERIMENTAL

Aliquots of the blank and sample were titrated against hydrochloric acid solution until after the last equivalence point (Figure 2).



**Figure 1.** OMNIS titrator with the digital pH electrode and a dosing module.



**Figure 2.** Exemplary titration curve of an aliquot of GO in NaOH solution with HCl as titrant.

**Table 1.** Summarized results for the functional group determination by Boehm titration of graphite and GO.

Base solution (n = 3)	Functional groups in graphite (mmol/g)	Functional groups in GO (mmol/g)
Sodium hydroxide	0.1982	5.7354
Sodium carbonate	0.0628	4.1399
Sodium bicarbonate	0.0452	3.6967

## CONCLUSION

Boehm titration is the easiest and most cost-efficient way to quantify the number of functional groups on carbon materials. As expected, the amount of functional groups found on GO is significantly higher (30 times) compared to graphite. Therefore, this method allows for quality control of carbon-based

materials, and by using the high-end OMNIS platform, the results are directly calculated and displayed. Furthermore, analysis can also be automated reducing sources of human error and allowing a higher sample throughput.

Internal reference: AW TI CH-1325-092021

## CONTACT

Metrohm France  
13, avenue du Québec - CS  
90038  
91978 VILLEBON  
COURTABOEUF CEDEX

[info@metrohm.fr](mailto:info@metrohm.fr)

## CONFIGURATION



**OMNIS Advanced Titrator avec agitateur magnétique**  
OMNIS Titrator, innovant, modulaire, potentiométrique pour un mode autonome ou en tant que pièce centrale d'un système de titrage OMNIS pour le titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique). Grâce à la technologie 3S de l'adaptateur Liquid Adapter, la manipulation des produits chimiques est plus sûre que jamais. Avec des modules de mesure et des unités de cylindre, le titreur peut être librement configuré et il est possible au besoin d'y ajouter un agitateur à tige. Au besoin, l'OMNIS Advanced Titrator peut être amélioré pour le titrage en parallèle avec la licence fonctionnelle correspondante.

- Commande via PC ou un réseau local
- Possibilité de connecter jusqu'à quatre autres modules de titrage ou de dosage pour d'autres applications ou solutions auxiliaires
- Possibilité de connecter un agitateur à tige
- Différentes tailles de cylindre disponibles : 5, 10, 20 ou 50 mL
- Liquid Adapter avec la technologie 3S :  
Manipulation de produits chimiques plus sûre, transfert automatique des données originales des réactifs provenant des fabricants

### **Modes de mesure et options logicielles :**

- Titration à point final : licence fonctionnelle « Basic »
- Titration à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) : licence fonctionnelle « Advanced »
- Titration à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) avec titrage en parallèle : licence fonctionnelle « Professional »



### OMNIS Dosing Module sans agitateur

Module de dosage à connecter à un OMNIS Titrator pour ajout d'une burette supplémentaire pour titrage/dosage. Peut être utilisé avec un agitateur magnétique et/ou un agitateur à hélice pour une utilisation en tant que poste de titrage séparé. Unité de cylindre au choix de 5, 10, 20 ou 50 mL.



### dEcotrode plus

Électrode pH numérique combinée pour OMNIS.

Cette électrode est idéale pour les titrages acide/base en milieux aqueux.

Le diaphragme rodé fixe est insensible à la contamination.

Électrolyte de référence :  $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ , conservation dans une solution de conservation.

Les dTrodes peuvent être utilisées sur les OMNIS Titrator.