

Application Note AN-T-226

Determinazione dei gruppi funzionali in grafite e ossido di grafene

Quantificazione precisa e selettiva di fenoli, lattoni e carbossilati tramite titolazione di Boehm

La titolazione di Boehm è un'analisi quantitativa di gruppi funzionali sulla superficie dei materiali carboniosi in base alle loro reazioni con soluzioni di base di NaHCO_3 ($\text{pK}_a = 6,4$), Na_2CO_3 ($\text{pK}_a = 10,3$) e NaOH ($\text{pK}_a = 15,7$). Si tratta di un metodo economico che fornisce valori assoluti con precisione elevata dei gruppi funzionali accessibili e contenenti prevalentemente ossigeno presenti sulla superficie. In origine, la titolazione di Boehm fu sviluppata per materiali carboniosi, quali nero di carbonio conduttivo (CCB), carbone attivo, carbone poroso e grafite. Con

questo metodo è possibile analizzare anche i materiali moderni a base di carbonio, come ad esempio grafene, ossido di grafene (GO) o nanotubi di carbonio. Il GO è un nanomateriale bidimensionale a base di carbonio contenente elevate quantità di gruppi funzionali ed è utilizzato principalmente per formare ossido di grafene ridotto (RGO) (es. grafene esfoliato) come un moderno high-end materiale con notevoli proprietà meccaniche ed elettriche, applicato in nanocelle, rivelatori, dispositivi conduttori su nanoscala, batterie e altro ancora.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

I materiali del campione vengono pesati in diversi bicchieri di vetro per reagire con aggiunta di bicarbonato, soluzione di carbonato o idrossido di

sodio per due giorni. Per ciascuno devono essere preparati anche campioni bianchi con soluzioni di base.

ANALISI

Aliquote del bianco e del campione sono state titolate contro soluzione di acido cloridrico fino a dopo l'ultimo punto d'equivalenza (**figura 2**).

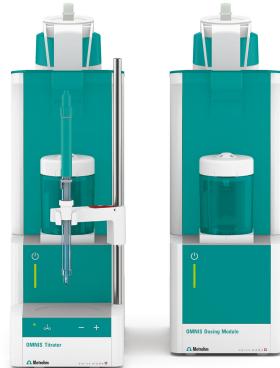


Figure 1. Titolatore OMNIS con elettrodo pH digitale e modulo di dosaggio.

RISULTATI

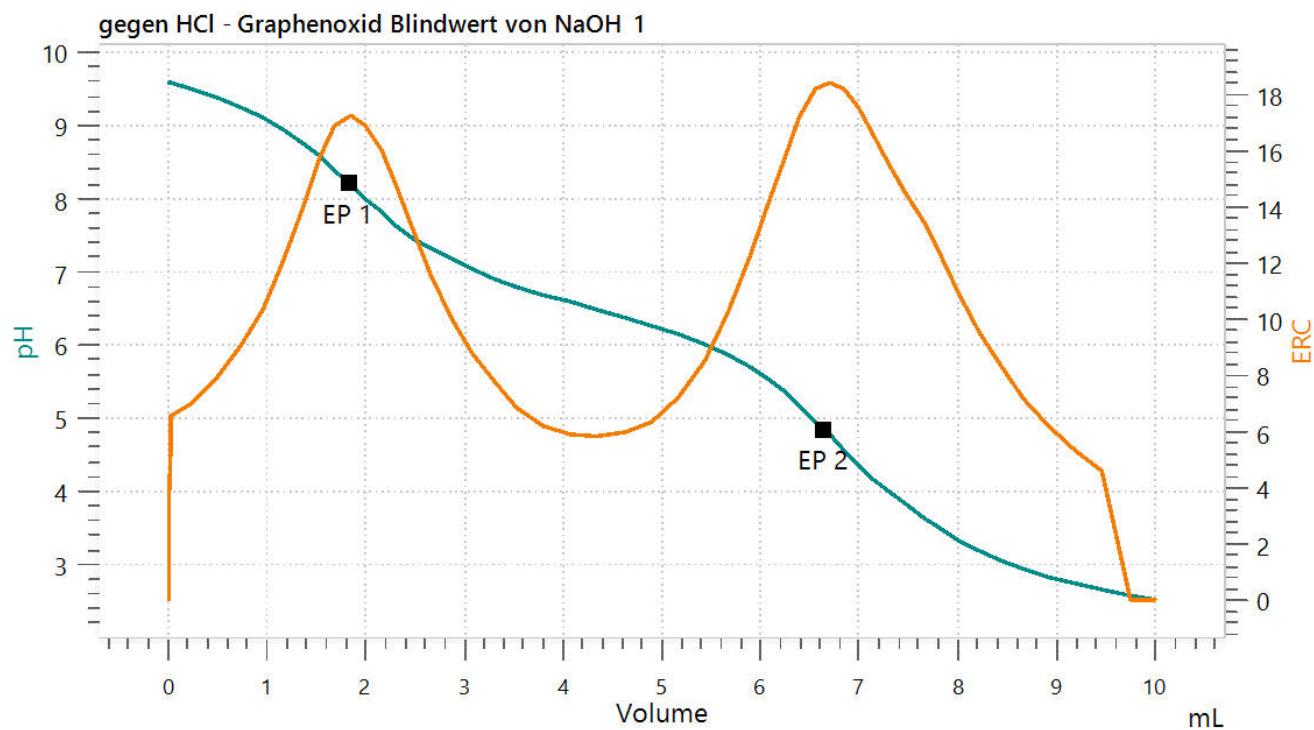


Figure 2. Esempio di curva di titolazione di un'aliquota di GO in soluzione di NaOH con HCl come titolante.

Tabella 1. Risultati riassunti per la determinazione del gruppo funzionale mediante titolazione Boehm di grafite e GO.

Base soluzione (n = 3)	Gruppi funzionali in grafite (mmol/g)	Funzionale gruppi in GO (mmol/g)
Sodio idrossido	0,1982	5,7354
Sodio carbonato	0,0628	4,1399
Sodio bicarbonato	0,0452	3,6967

CONCLUSIONE

La titolazione Boehm è il modo più semplice ed economico per quantificare il numero di gruppi funzionali su materiali di carbonio. Come previsto, l'importo di gruppi funzionali trovati su GO è significativamente più alto (30 volte) rispetto alla grafite. Pertanto, questo metodo consente il controllo

della qualità del carbonio materiali e utilizzando la piattaforma di fascia alta OMNIS, i risultati vengono calcolati direttamente e visualizzati. Inoltre, l'analisi può anche essere automatizzata e possono essere ridotte le fonti di errore umano consentendo una maggiore portata del campione.

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Titolatore OMNIS Advanced con agitatore magnetico

Titolatore OMNIS potenziometrico, innovativo e modulare per il funzionamento autonomo o come cuore di un sistema di titolazione OMNIS per la titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica). Grazie a Liquid-Adapter con tecnologia 3S, la gestione delle sostanze chimiche è più sicura che mai. Il titolatore è configurabile liberamente con moduli di misura e unità cilindriche e, in caso di necessità, può essere ampliato con un agitatore a elica. All'occorrenza, è possibile dotare OMNIS Advanced Titrator della relativa licenza di funzionamento del software per la titolazione parallela.

- Comando tramite PC o rete locale
- Possibilità di collegare fino ad altri quattro moduli di dosaggio e titolazione per ulteriori applicazioni o soluzioni ausiliarie
- Possibilità di collegamento di un agitatore a elica
- Disponibili varie grandezze del cilindro: 5, 10, 20 o 50 mL
- Liquid Adapter con tecnologia 3S: gestione sicura delle sostanze chimiche, trasferimento automatico dei dati del reagente originale del produttore

Modalità di misura e opzioni del software:

- Titolazione a punto finale: licenza di funzionamento "Basic"
- Titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica): licenza di funzionamento "Advanced"
- Titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica) con titolazione parallela: licenza di funzionamento "Professional"



OMNIS Dosing Module senza agitatore

Modulo di dosaggio per il collegamento a un titolatore OMNIS per l'ampliamento di un'ulteriore buretta per titolazione/dosaggio. Ampliabile con un agitatore magnetico o a elica per l'utilizzo come stand di titolazione separato. Unità cilindriche a scelta libera da 5, 10, 20 o 50 mL.



dEcotrode Plus

Elettrodo per pH combinato digitale per OMNIS.

L'elettrodo è adatto a titolazioni acido/basiche acquose.

Il diaframma fisso a smeriglio è insensibile alle impurità.

Elettrolita di riferimento: $c(KCl) = 3 \text{ mol/L}$, conservazione in una soluzione di conservazione.

Gli elettrodi dTrode possono essere utilizzati con i titolatori OMNIS.