

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 NaHCO_3 ($\text{pK}_a = 6.4$), Na_2CO_3 ($\text{pK}_a = 10.3$), and 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.

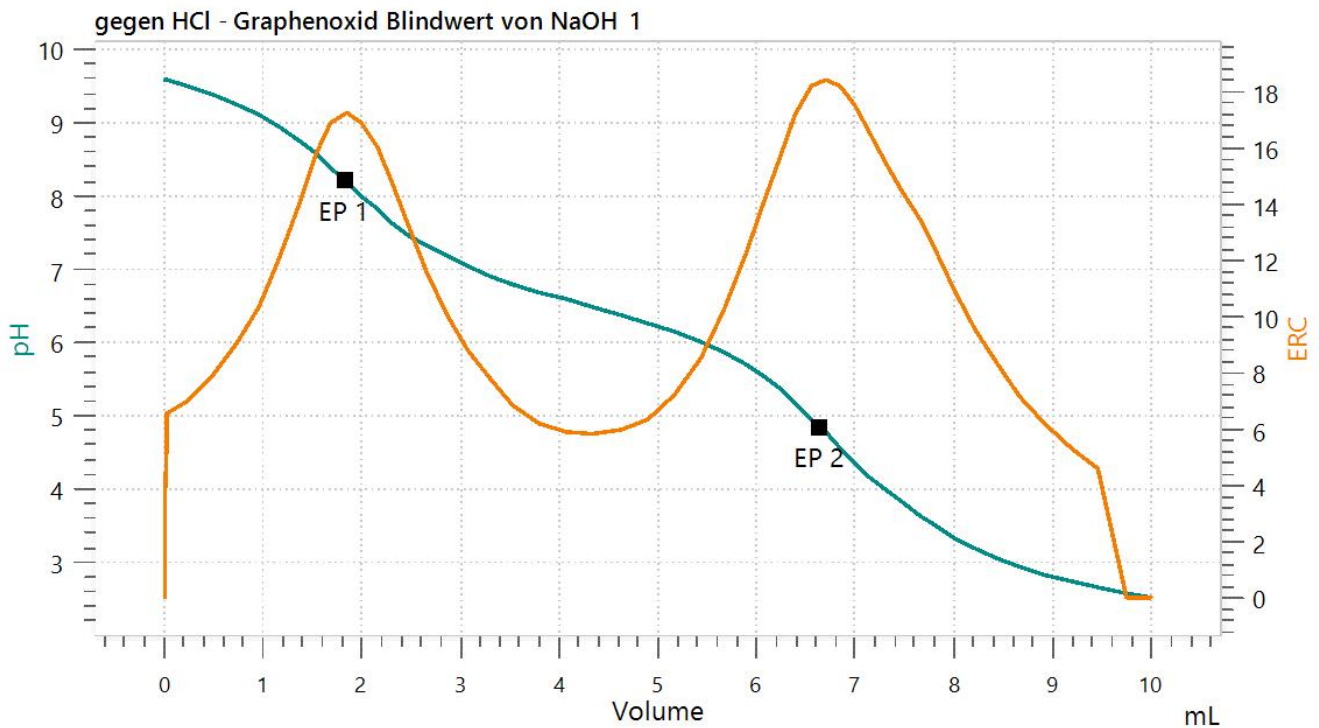


Figure 2. Exemplary titration curve of an aliquot of GO in NaOH solution with HCl as titrant.

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

メトロームジャパン株式会
社

143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1

null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

CONFIGURATION



OMNIS Advanced

スタントアローン稼働またはOMNIS滴定システムのメインハートとしての、革新的なモジュール式の終点滴定および当量点滴定（等量/変動）のためのOMNIS電位差滴定装置です。3Sリキットアタフタテクノロジーにより、化学物質の取り扱いに関してはこれまでにないほどの安全性を誇ります。滴定装置は測定モジュールおよびシリンターユニットによって自由にコンフィグレーションすることかでき、必要に応じてフロヘラスターラで拡張することも可能です。必要に応じてOMNIS Advanced滴定装置を、対応するソフトウェア機能ライセンスによって並行滴定用に装備することかできます。

- ハンコンまたはローカルネットワークを介した制御
- 他のアプリケーションまたは補助溶液のための他の滴定モジュールもしくはトーシンクモジュールが4つまで接続可
- フロヘラスターラの接続可
- 様々なシリンターサイズに対応: 5、10、20、50 mL
- 3Sテクノロジーによるリキットアタフタ: 化学物質の安全な取り扱い、メーカーのオリジナル試薬データの自動伝送

測定モードおよびソフトウェアオプション:

- 終点滴定: 機能ライセンス「Basic (ベーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): 機能ライセンス「Advanced (アトハンスト)」
- 並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): 機能ライセンス「Professional (プロフェッショナル)」



OMNIS

滴定/トーシンク用追加ヒュレットによって拡張するためのOMNIS滴定装置への接続のためのトーシンクモジュールです。別個の滴定スタントとして用いるためのマクネチックスターラもしくはフロヘラスターラによって拡張可能です。5、10、20、50 mLのシリンターユニットが自由に選択可能です。



dEcotrode Plus

OMNIS用デジタル複合pH電極。

この電極は、水性酸/塩基滴定に適しています。

固定クラントショイントタイアフラムは汚れに対して耐性があります。

参照内部液: $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ 、保存液で保存。

dTrodeはOMNIS Titratorにて使用できます。