



羧基及羟基含量的测定

1 原理

根据 Boehm 滴定法， NaHCO_3 只与碳材料表面羧基发生反应，生成二氧化碳和水，碳材料表面的羧基变成羧酸钠。取一定体积已知浓度的 NaHCO_3 溶液浸泡一定量的 CNTs/graphene，在磁力搅拌下反应 20 小时，然后过滤，量取一定体积的滤液，采用已知浓度的盐酸溶液滴定滤液，获得滤液中 NaHCO_3 的浓度。根据反应前后 NaHCO_3 溶液浓度的变化量以及用于浸泡 CNTs/graphene 的 NaHCO_3 溶液的体积，获得与 CNTs/graphene 表面羧基反应的 NaHCO_3 的量，最后计算出 CNTs/graphene 表面羧基绝对质量百分含量。

2 仪器设备及试剂

pH 计：数字型，精确到 0.01pH

光电天平：量程 100g，精确度 0.1mg；

磁力搅拌器：3 个，转速数字显示，可调；

真空烘箱：300℃，300×200×150



玻璃锥形瓶：容积 100ml，三个

酸式滴定管：50ml，一支

玻璃量筒：50ml，一支

碳酸氢钠 (NaHCO_3)：分析纯

氢氧化钠 (NaOH)：分析纯

盐酸溶液：分析纯

3 准备工作

- (1) 盐酸标准溶液的配制与标定，标准浓度为 M_0 ；
- (2) 0.05M NaHCO_3 溶液的配制与标定，真实浓度为 M_1 。
- (3) 取 2g 左右 CNTs/graphene 在真空烘箱中 170°C 下真空干燥 2 小时，取出后放置在玻璃干燥器中保存备用。

4 测试程序

4.1 空白试验



量出 20ml 浓度为 M_1 的 NaHCO_3 溶液，用标准浓度的盐酸溶液滴定至 NaHCO_3 溶液的 pH 值等于 5.1,记下此时盐酸溶液的用量 V_0 (ml) ；

4.2 CNTs/graphene 表面羧基的滴定

在光电分析天平上称取 3 份 CNTs/graphene 样品，每份约 200mg，真实重量为 $W(\text{mg})$ ，分别置于三个 300ml 的锥形瓶中做平行试验。加入体积 V_3 (约 100ml)浓度为 M_1 的 NaHCO_3 溶液,在磁力搅拌器上搅拌反应 20 小时。锥形瓶口用滤纸密封确保反应生成的 CO_2 气体顺利排出。然后过滤，取体积为 V_2 的滤液与 50ml 锥形瓶中，用标准浓度的盐酸溶液滴定。滴定操作在磁力搅拌器上进行，用 pH 计测量溶液的 pH 值变化，指示滴定终点。每次记录 pH 计读数时等 pH 值稳定在 1 分钟内的变化小于 0.01pH。到达滴定终点时消耗标准浓度盐酸的体积为 V_1 (ml) 。

5 羧基百分含量的计算

NaHCO_3 溶液浓度 M_1 的计算

$$M_1 = M_0 \times V_0 / 20$$

滤液中 NaHCO_3 浓度 M_2 的计算

$$M_2 = M_0 \times V_1 / V_2$$

CNTs/graphene 表面的羧基百分含量：

$$\begin{aligned} P_{\text{-COOH}}\% &= 100 \times 45 \times (M_1 - M_2) \times V_3 / W \\ &= 4500 \times (M_0 \times V_0 / 20 - M_0 \times V_1 / V_2) \times V_3 / W \\ &= 4500 \times M_0 \times (V_0 / 20 - V_1 / V_2) \times V_3 / W \quad (\text{g}/100\text{g}) \end{aligned}$$

6 CNTs/graphene 表面的羟基含量滴定

按上述方法滴定：基本假设是，NaOH 溶液只与 CNTs/graphene 表面的羧基以及羟基发生反应，而 NaHCO_3 只与 CNTs/graphene 表面的羧基发生反应。在获得 CNTs/graphene 表面的羧基以及羟基总摩尔量以后，扣除 CNTs/graphene 表面的羧基的摩尔数，就可获得 CNTs/graphene 表面的羟基摩尔数，进而计算出 CNTs/graphene 表面的羟基质量百分含量。