

CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE CoFe_2O_4 RECOBERTAS POR 3-AMINOPROPILTRIETOXISSILANO OBTIDAS VIA PROCESSO SOL-GEL

R. L. Camilo^{1*}, M. Yamaura¹; M. C. F. da C. Felinto¹; N. B. de Lima¹;
F. J. G. Landgraf²

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares-IPEN/CNEN, Centro de Química e Meio Ambiente, Av. Prof. Lineu Prestes, 2242, Cidade Universitária, 05508-000 - São Paulo/SP — Brasil¹. rcamilo@ipen.br^{*}
Universidade de São Paulo-USP, Escola Politécnica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais, São Paulo/SP, Brasil².

RESUMO

Atualmente com o advento da nanociência e nanotecnologia, as nanopartículas magnéticas têm encontrado inúmeras aplicações nos campos da biomedicina, diagnóstico, biologia molecular, bioquímica, catálise, etc. As nanopartículas magnéticas funcionalizadas são constituídas de um núcleo magnético, envolvido por uma camada polimérica com sítios ativos, que podem ancorar desde metais até anticorpos. Estas nanopartículas magnéticas funcionalizadas são consideradas materiais híbridos orgânico-inorgânico de grande interesse em aplicações comerciais, dentre as aplicações importantes podemos citar: hipertermia magnética, carregadores de fármacos, reconhecimento molecular, biossensores, RMN, etc. Os parâmetros estudados no recobrimento das nanopartículas de CoFe_2O_4 pelo polímero bifuncional o 3-aminopropiltrietoxissilano via processo sol-gel foram: o pH, a temperatura, o catalisador, a concentração do catalisador, o tempo de reação, a relação $\text{H}_2\text{O}/\text{silano}$, o tipo de meio, o agente umectante e a eficiência do recobrimento em relação ao pH. Os produtos obtidos foram caracterizados pela técnica de FTIR.

Palavras-chave: 3-aminopropiltrietoxissilano, nanopartículas magnéticas, sol-gel, CoFe_2O_4 , material híbrido orgânico-inorgânico.

INTRODUÇÃO

Nanociência e a Nanotecnologia (N&N) são consideradas, atualmente, como um dos mais fascinantes avanços nas tradicionais áreas do conhecimento e constituem um dos principais focos das atividades de pesquisa, desenvolvimento e inovação em todos os países industrializados. Ela nos permite utilizar ferramentas mais acuradas de caracterização de materiais a níveis nanométricos, as nanopartículas e micropartículas magnéticas têm encontrado inúmeras aplicações

nos campos da biomedicina (1), diagnóstico (2), biologia molecular (3), bioquímica (4), catálise (5), biossensores (6), entre outros. Estes materiais são utilizados ora como nanopartículas magnéticas ora como fluidos magnéticos.

As nanopartículas magnéticas podem exibir propriedades superparamagnéticas, característica única em escala nanométrica ($\phi < 10$ nm), isto é, apresentam magnetização apenas na presença de um campo magnético sem, contudo, permanecerem magnéticas, quando da remoção do mesmo.

As nanopartículas magnéticas funcionalizadas (7) ou quimicamente modificadas são constituídas basicamente de um núcleo magnético, envolvido por uma camada polimérica com sítios ativos (grupos funcionais) e seletivos para íons ou moléculas, que por meio das modificações químicas em sua superfície permitem diferentes tipos de reações específicas que possibilitam uma ampla variedade de aplicações às nanopartículas magnéticas. Estas partículas podem ser consideradas como materiais híbridos (8-9), orgânico-inorgânico, de grande interesse em aplicações comerciais devido à particularidade das propriedades obtidas, que não são encontradas nos materiais convencionais. Os materiais híbridos tendem a ser uma alternativa para a produção de novos materiais multifuncionais específicos, com uma ampla faixa de aplicações.

MATERIAIS E MÉTODOS

Síntese das nanopartículas de CoFe_2O_4 via processo de coprecipitação

As nanopartículas de CoFe_2O_4 foram preparadas à temperatura ambiente a partir da coprecipitação dos íons Co^{2+} e Fe^{3+} presentes na solução aquosa de cloretos em quantidades estequiométricas de $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$ em Co^{2+} e $1,0 \text{ mol.L}^{-1}$ em Fe^{3+} numa relação molar $\text{Co:Fe}=1:2$. Uma solução alcalina de NaOH 5 mol.L^{-1} foi adicionada gota a gota sob agitação constante até atingir pH 13. As alíquotas utilizadas neste experimento foram de 100 mL.

Após a coprecipitação a suspensão permaneceu sob agitação por 1 h, findo este período foi colocada em repouso para a sedimentação do precipitado. Esta etapa foi realizada com o auxílio de ímãs permanentes e o sobrenadante foi removido por transferência a vácuo.

A lavagem do precipitado teve início com a adição de H₂O destilada, seguida da agitação, sedimentação e aspiração do sobrenadante. Estabeleceu-se que o pH final do sobrenadante seria em torno de 7.

A secagem do precipitado foi realizada em estufa na temperatura de ~70 °C por 24 h. O precipitado seco foi triturado e guardado em frascos de vidro vedados.

O produto obtido pelo processo de coprecipitação foi caracterizado como sendo ferrita de cobalto (CoFe₂O₄) e identificado neste estudo como SAA0, o que significa que o produto foi utilizado como material de partida para os experimentos de silanização.

Recobrimento das nanopartículas magnéticas de CoFe₂O₄ pelo 3-aminopropiltriétoxissilano (APTES) via processo sol-gel

Os estudos do recobrimento das nanopartículas magnéticas de ferrita de cobalto pelo NH₂(CH₂)₃Si(OC₂H₅)₃ (3-aminopropiltriétoxissilano ou APTES) via processo sol-gel foram realizados em um arranjo experimental composto de um balão de vidro PIREX de três bocas e fundo redondo de 500 mL, uma manta aquecedora com controle de temperatura, um termopar acoplado a um controlador com indicação digital da temperatura. O intervalo de temperatura controlado nos experimentos foi de 90 a 98 °C.

O processo sol-gel tem início com a preparação da solução silanizante composta pelo solvente (H₂O ou C₆H₅CH₃), pelo catalisador (HCl ou C₂H₄O₂) e pelo monômero APTES. A solução silanizante foi preparada sob agitação constante e as medidas de pH foram realizadas por um eletrodo de vidro-calomelano.

As características e propriedades do recobrimento via processo sol-gel, dependem de uma série de fatores que afetam a taxa de hidrólise e as reações de condensação, são eles: o pH, a temperatura, o tempo de reação, as concentrações dos reagentes, a concentração e a natureza do catalisador, a razão molar H₂O/Si, o tempo e a temperatura de envelhecimento e a secagem. Dentre estes fatores os mais importantes são: o pH, a concentração e a natureza do catalisador, a razão molar H₂O/Si e a temperatura (10).

Um aspecto importante no procedimento de silanização é o método de desidratação utilizado, pois ele pode afetar a adsorção ou as ligações covalentes entre o polímero e a superfície das nanopartículas magnéticas.

Esta associação é acompanhada pelo aquecimento do polímero na presença de um agente umectante miscível em ambos os solventes a água e o solvente orgânico (tolueno). O glicerol (11) ou propano-1,2,3-triol, $C_3H_5(OH)_3$, com ponto de ebulição de cerca de 290 °C é um agente umectante adequado. O aquecimento do sistema no intervalo de 160-170 °C tem dois propósitos, assegurar a evaporação da H_2O (100 °C) e do $C_6H_5CH_3$ (110,6 °C), preservando o polímero o APTES, cujo ponto de ebulição é de 223 °C, além disso, a presença do glicerol previne a agregação e as ligações cruzadas das nanopartículas que é um problema inerente de outras técnicas de silanização, na qual a desidratação é conduzida por aquecimento até a secura.

Neste estudo foram realizados doze experimentos de silanização identificados como sendo SAA1 até SAA12, nos quais as concentrações dos reagentes e as condições do processo de silanização, para cada experimento foram descritas e podem ser vistas na tabela 1.

Os experimentos de silanização nos permitiram verificar o efeito das variáveis de processo no produto obtido via processo sol-gel. Na etapa de recobrimento as variáveis cujo conhecimento dos seus efeitos poderá ajudar a manipular e controlar as propriedades do material híbrido são: aquecimento, agente umectante (glicerol), tempo de silanização, presença do catalisador, tipo de catalisador, natureza do solvente, relação molar $H_2O/APTES$, relação volumétrica $APTES:H_2O$, relação volumétrica $C_6H_5CH_3:H_2O$, tempo de agitação sem aquecimento. As variáveis bem como os experimentos envolvidos em cada estudo podem ser vistos na tabela 2.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Espectros de absorção na região do infravermelho (FTIR)

Na figura 1 são mostrados os espectros na região de infravermelho das matérias primas ferrita de cobalto (12-15) e APTES (16-21) utilizados neste estudo. A ferrita de cobalto é caracterizada pelas duas fortes bandas de absorção na região de 575-580 a 370-374 cm^{-1} relativas às ligações Fe-O e Co-O. O composto APTES é caracterizado pelas bandas de absorção na região de 3423 cm^{-1} (18;20) e 1622 (22) -1600 cm^{-1} assinadas pelos grupos amino (10) $-NH_2$, bandas na região de 2938-2921 (18;) a 2881 cm^{-1} correspondentes aos grupos alquil (22) $-CH$ e bandas na

região de 1200 (10;17) a 900 (16) cm^{-1} assinadas pelos grupos Si-O-H do etóxi e pelos grupos amino.

Tabela 1: Condições iniciais dos experimentos de silanização via processo sol-gel.

SAA0 1,5 mol.L ⁻¹	m (g)	t _{agit} (h) s/Δ	t _{agit} (h) c/Δ	catalisador (mL)	solvente (mL)	glicerol (mL)	pH
SAA1	1,0006	2	3 h (90-100)°C	C ₂ H ₄ O ₂ v~5	H ₂ O 90	---	4,5
SAA2	1,0002	2	1:24 h (direto)	C ₂ H ₄ O ₂ v~5	H ₂ O 90	---	4,5
SAA3	1,0000	2	3 h (90-100)°C	C ₂ H ₄ O ₂ v~5	H ₂ O 90	100	4,5
SAA4	1,0005	1	3 h (90-100)°C	HCl v~5	H ₂ O 90	100	4,5
SAA5	1,0000	2	3 h (90-100)°C	---	H ₂ O 90	100	10,9
SAA6	1,0005	1:21	2 h (90-100)°C	C ₂ H ₄ O ₂ v~1,5	C ₆ H ₅ CH ₃ 90	100	4,5
SAA7	1,0001	2	3 h (90-100)°C	C ₂ H ₄ O ₂ v~5	C ₆ H ₅ CH ₃ 90	100	4,5
SAA8	1,0004	2	3 h (90-100)°C	---	H ₂ O=1 C ₆ H ₅ CH ₃ 90	100	10,9
SAA9	1,0000	2	3 h (90-100)°C	C ₂ H ₄ O ₂ v~27,5	H ₂ O 90	100	4,5
SAA10	1,0004	2	3 h (90-100)°C	C ₂ H ₄ O ₂ v~5	H ₂ O 40	100	4,5
SAA11	1,0000	6	2:44 h (90-100)°C	C ₂ H ₄ O ₂ v~5	H ₂ O 90	---	4,5
SAA12	1,0001	6	2:44 h (90-100)°C	HCl v~4	H ₂ O 90	---	4,5

APTES(mL) = 10, exceto para SAA9 = 50

Tabela 2: Relação das variáveis do processo de silanização e as amostras silanizadas correspondentes

Variáveis do processo de silanização	Amostras silanizadas
Aquecimento controlado ou direto	SAA1 e SAA2
Presença de agente umectante	SAA1 a SAA3
Tempo de silanização 5 ou 8 (h)	SAA1 e SAA11
Presença do catalisador (solvente, H ₂ O)	SAA3 e SAA5
Presença do catalisador (solvente, C ₆ H ₅ CH ₃)	SAA6 e SAA8
Catalisador fraco ou forte (solvente, H ₂ O)	SAA11 e SAA12
Natureza do solvente: H ₂ O ou C ₆ H ₅ CH ₃	SAA5 e SAA8
Relação molar H ₂ O:APTES = 9:4	SAA3 e SAA10
Relação volumétrica APTES:H ₂ O = 1/9:5/9	SAA3 e SAA9
Relação volumétrica C ₆ H ₅ CH ₃ :H ₂ O = 0/90:90/1	SAA3 e SAA7
Tempo de agitação s/ aquecimento: 1X6 (h)	SAA4 e SAA12

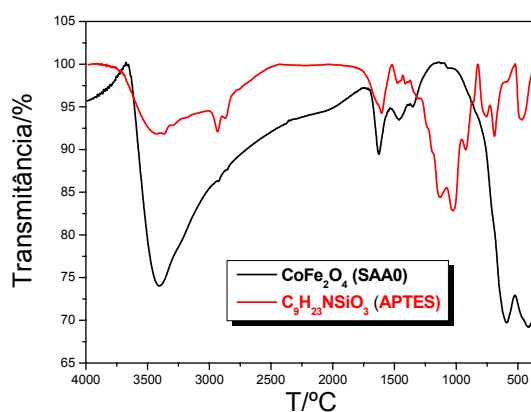


Figura 1: Espectros de absorção na região de infravermelho da CoFe_2O_4 e APTES.

Do processo de silanização da ferrita de cobalto com APTES obtiveram-se as ferritas de cobalto silanizadas representadas pelos espectros de absorção na região do infravermelho ilustrados na figura 2. Em todos os espectros observa-se a incorporação das nanopartículas de ferrita de cobalto no APTES. Comparando-se os espectros com os da figura 1, observa-se que a banda da região de 1200 a 900 cm^{-1} , assinada pelos grupos Si-O-C, desapareceu e surgiu um ombro na região de 970 a 900 cm^{-1} , correspondente à banda de absorção das ligações Fe-O-Si, Co-O-Si e Si-O-H, ao lado da banda relativa ao Fe-O e Co-O em 575 cm^{-1} da ferrita de cobalto (12;13). Este fato observado é a evidência de recobrimento da ferrita de cobalto pelo processo de silanização.

Analisando os espectros das amostras SAA1 e SAA2 segundo a classificação da tabela 2 observou-se que o aquecimento direto na SAA2, logo após um menor tempo de silanização em relação ao da SAA1, favoreceu a saída de H_2O e/ou de NH_2 livre (20), observado pela diminuição da banda em 1624 cm^{-1} , em relação à banda do SiOH (10) em $\sim 1525\text{ cm}^{-1}$ e CH_2 (10) adjacente ao Si em $\sim 1413\text{ cm}^{-1}$.

Nas amostras de SAA3 a SAA10 utilizou-se o agente umectante glicerol para evitar a desidratação e, portanto, a aglomeração das nanopartículas durante o processo de digestão. Neste estudo, independentemente de outras variáveis consideradas, verificou-se em todas as amostras uma quantidade maior de moléculas de água e/ou NH_2 , caracterizada pela intensa banda em $\sim 1620\text{ cm}^{-1}$, em relação às bandas adjacentes na região de 1550 a 1350 cm^{-1} . Por outro lado, este aumento na relação citada pode significar o contrário, isto é, pode indicar que ocorreu uma diminuição das percentagens de grupos Si-OH favorecendo o processo de recobrimento por polimerização. Pelos espectros observa-se também que a

presença de glicerol aumentou a percentagem de grupos –CH caracterizados pelas bandas na região de 2950 a 2800 cm^{-1} .

Com relação ao tempo de silanização observado entre as amostras SAA1 e SAA11 verificou-se somente um aumento nas bandas relacionadas aos grupos alquila –CH na região (10;20) de 2950 a 2800 cm^{-1} para SAA11.

Comparando as amostras SAA3 e SAA5 que foram preparadas em meio aquoso com catalisador ácido e sem catalisador, respectivamente, não foi observado diferença entre os espectros de absorção, indicando que o próprio meio aquoso atuou como catalisador.

Entretanto, nas amostras SAA6 e SAA8 que foram preparadas em meio tolueno com e sem catalisador, respectivamente, observou-se uma intensa banda na região dos alquil em $\sim 2900 \text{ cm}^{-1}$ e na região dos etóxi (10) Si-O-C em 1041 cm^{-1} , indicando que o meio tolueno foi desfavorável para o processo de polimerização. A amostra SAA7, que foi polimerizada em tolueno na presença de um mínimo de água e maior quantidade de catalisador, em relação ao SAA6 apresentou um espectro de absorção muito semelhante aos espectros obtidos de processos efetuados em meio aquoso/glicerol. Porém, nota-se a presença dos etóxi em $\sim 1045 \text{ cm}^{-1}$, indicando que a polimerização não foi completada.

Entre as amostras SAA3 e SAA4 e SAA11 e SAA12 foi verificado a natureza do catalisador no processo de silanização. Entre as amostras SAA3 e SAA4 que foram preparadas na presença de glicerol não foi observada qualquer diferença significativa com relação aos ácidos utilizados como catalisador; porém, entre as amostras SAA11 e SAA12 que foram preparadas sem o glicerol, o ácido forte como catalisador intensificou a banda (18) correspondente à ligação metal-O-Si observado em 903 cm^{-1} , e a banda correspondente à H_2O e/ou NH_2 em 1622 cm^{-1} . Posteriormente, na análise por EDS foi verificado que a amostra SAA12 apresentou maior porcentagem de Si em relação aos metais Fe e Co, atribuído à maior quantidade de APTES utilizado no processo de silanização.

Analisando a natureza do solvente, se água ou tolueno, entre as amostras SAA3 e SAA6, observaram-se bandas intensas na região de $\sim 2900 \text{ cm}^{-1}$ e 1050 cm^{-1} indicando uma maior quantidade de grupos alquil e grupos Si-O-C na amostra SAA6, preparada em tolueno. Em princípio, isto é uma indicação de que o meio tolueno é desfavorável em relação ao meio aquoso. Esta observação foi verificada anteriormente, no estudo da presença do catalisador, em amostras SAA6 e SAA8.

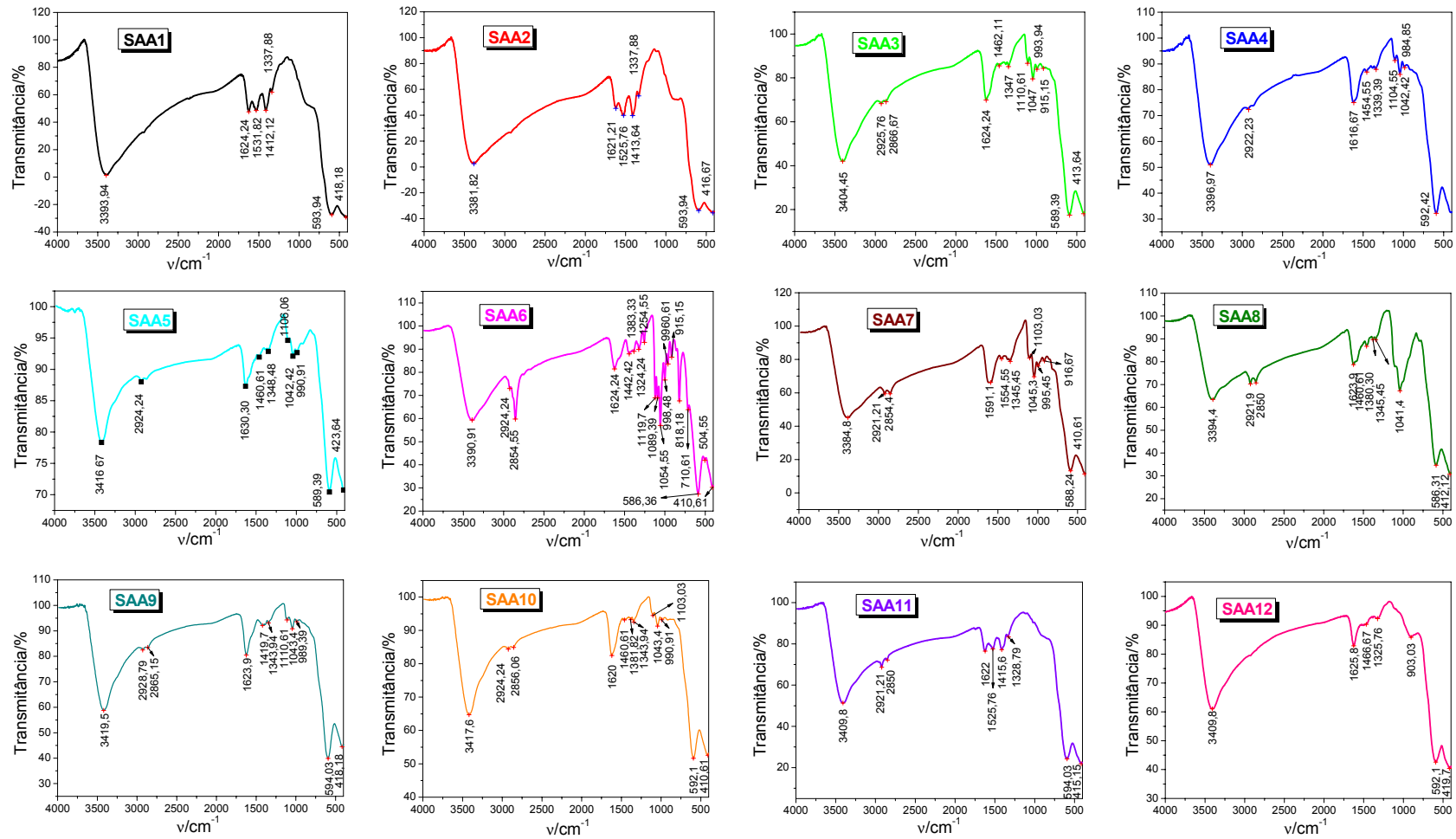


Figura 2: Espectros de absorção na região de infravermelho das amostras de SAA1 até SAA12.

No estudo de relação molar $H_2O/APTES$ entre as amostras SAA6 e SAA7 em meio tolueno, verificou-se uma banda intensa na região de 1054 cm^{-1} relativa à ligação etóxi Si-O-C (19) na amostra SAA6, a qual foi preparada com maior quantidade de silano e sem H_2O . Este fato leva-nos a concluir que maior quantidade de silano não significa uma melhora no processo de silanização e que o diferencial é o meio aquoso. Por outro lado, quando o meio reacional é aquoso, como nas amostras SAA3 e SAA10, para mesma quantidade de silano, verificou-se que a quantidade de H_2O não influencia na obtenção do produto final de silanização, segundo os espectros de absorção muito semelhantes obtidos para as duas amostras. Entretanto, observou-se a retenção de maior porcentagem de Si em relação aos metais Fe e Co para a amostra SAA10 que foi sintetizada em um volume menor de água. Para a amostra SAA9, a qual foi preparada em meio aquoso com maior quantidade de catalisador, também, com base no espectro de absorção, não foi observado diferença em comparação com as amostras SAA3 e SAA10.

A análise dos espectros de absorção na região do infravermelho mostrou que o meio reacional de tolueno não é apropriado para o recobrimento das nanopartículas de ferrita de cobalto. A ausência de glicerol na reação de recobrimento indicou a presença de grupos SiOH (21) e Si-CH₂ em quantidades maiores do que nas amostras obtidas utilizando o glicerol. Esta observação não implica necessariamente que o processo de recobrimento da ferrita foi prejudicial na ausência de glicerol (16). Outro aspecto importante observado a partir dos espectros foi que a água funcionou como catalisador dispensando o uso de um ácido no processo de recobrimento da ferrita com APTES pelo método de sol-gel.

Este trabalho apresenta dados experimentais da obtenção de ferrita de cobalto segundo um estudo criterioso fundamentado na variação dos parâmetros de síntese do núcleo magnético e do recobrimento das partículas com um organosilano, o 3-aminopropiltrióxissilano, cuja função é proteger as partículas ao mesmo tempo em que anexa grupos funcionais para aplicações específicas. Foram vários os parâmetros aqui estudados e os resultados obtidos proporcionaram uma investigação detalhada do processo de síntese que, como proposto em nosso objetivo, propiciou o uso de ferramentas para estabelecer parâmetros importantes na síntese de novos produtos, destinados a aplicações variadas e específicas, posteriormente.

Das variáveis estudadas no processo de recobrimento das nanopartículas de ferrita de cobalto com 3-aminopropiltriétoxissilano, os aspectos importantes a serem ressaltados são: 1) o meio reacional mais favorável foi a água; 2) a água funcionou como catalisador e portanto não há necessidade de adicionar um ácido ao meio reacional; 3) para a relação APTES/CoFe₂O₄ utilizada neste trabalho, não se deve utilizar glicerol como agente umectante; e finalmente, 4) a silanização manteve as características magnéticas das ferritas de cobalto, porém reduzindo o seu valor de magnetização de saturação por massa de produto silanizado por causa da formação de espécies não magnéticas contribuindo no valor da massa final. Os aspectos citados não garantem a boa funcionalidade do produto silanizado em aplicações variadas e específicas. Portanto, este trabalho terá continuidade com estudos futuros que consistem na verificação da potencialidade das ferritas de cobalto silanizadas com relação aos grupos funcionais acoplados.

REFERÊNCIAS

- 1 PANKHURST, Q.A.; CONNOLLY, J.; JONES, S.K.; DOBSON, J.; Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine. *J. Phys D: Appl. Phys*, v. 36, p. R167-R181, 2003.
- 2 MEGENS, M.; PRINS, M. Magnetic biochips: a new option for sensitive diagnostics. *J. Magn. Magn. Mater.*, v. 293, p. 702-708, 2005.
- 3 GRÜTTNER, C.; TELLER, J. New types of silica-fortified magnetic nanoparticles as tools for molecular biology applications. *J. Magn. Magn. Mater.*, v. 194, p. 8-15, 1999.
- 4 HILDEBRAND, H.F.; BLANCHEMAIN, N.; MAYER, G.; CHAI, F.; LEFEBVRE, M.; BOSCHIN, F. Surface coatings for biological activation and functionalization of medical devices. *Surface & Coatings Technology*, v. 200, p. 6318-6324, 2006.
- 5 SILVA, J.B.; DINIZ, C.F.; LAGO, R.M.; MOHALLEM, N.D.S. Catalytic properties of nanocomposites based on cobalt ferrites dispersed in sol-gel silica. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 348, p. 201-204, 2004.
- 6 ALFAYA, A.A.S.; KUBOTA, L.T. A utilização de materiais obtidos pelo processo de sol-gel na construção de biossensores. *Quím. Nova*, v. 25(5), p. 835-841, 2002.
- 7 YAMAURA, M.; CAMILO, R.L.; SAMPAIO, L.C; MACÊDO, M.A.; NAKAMURA, M.; TOMA, H.E. Preparation and characterization of (3-aminopropyl)triethoxysilane-coated magnetite nanoparticles. *J. Magn. Magn. Mater*, v. 279, p. 210-217, 2004.

- 8 ESTEVES, A.C.C.; BARROS-TIMMONS, A.; TRINDADE, T. Nanocompósitos de matriz polimérica: estratégias de síntese de materiais híbridos. *Quím. Nova*, v. 27(5), p. 798-806, 2004.
- 9 FONSECA, M.G.; AIROLDI, C. Híbridos inorgânico-orgânicos derivados da reação de filossilatos com organossilanos. *Quím. Nova*, v. 26(5), p. 699-707, 2003.
- 10 WHITE, L.D.; TRIPP, C.P. Reaction of (3-aminopropyl)dimethylethoxysilane with amine catalysts on silica surfaces. *J. Colloid and Interface Sci.*, v. 232, p. 400-407, 2000.
- 11 LIU, X.; MA, Z.; XING, J.; LIU, H. Preparation and characterization of amino-silane modified superparamagnetic silica nanospheres. *J. Magn. Magn. Mater.*, v. 270, p.1-6, 2004.
- 12 LENGLET, M.; LEFEZ, B. Infrared optical properties of cobalt (II) spinels. *Solid State Communications*, v. 98(8), p. 689-694, 1996.
- 13 SILVA, J.B.; BRITO, W.; MOHALLEM, N.D.S. Influence of heat treatment on cobalt ferrite powders. *Materials Science and Engineering B*, v. 112, p. 182-187, 2004.
- 14 HUANG, X.-H.; CHEN, Z.-H. Sol-gel preparation and characterization of $\text{CoFe}_2\text{O}_4\text{-SiO}_2$ nanocomposites. *Solid State Communications*, v. 132, p. 845-850, 2004.
- 15 ZHANG, S.; DONG, D.; SUI, Y.; LIU, Z.; WANG, H.; QIAN, Z.; SU, W. Preparation of core shell particles consisting of cobalt ferrite and silica by sol-gel process. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 415, p. 257-260, 2006.
- 16 PRADO, A.G.S.; FARIA, E.A.; PADILHA, P.M. Aplicação e modificação química da sílica gel obtida de areia. *Quím. Nova*, v. 28(3), p. 544-547, 2005.
- 17 LENZA, R.F.S.; VASCONCELOS, W.L. Síntese de membranas cerâmicas via método sol-gel utilizando TEOS e N,N-dimetilformamida. *Quím. Nova*, v. 25(6), p. 893-896, 2002.
- 18 SHEN, X.-C.; FANG, X.-Z.; ZHOU, Y.-H.; LIANG, H. Synthesis and characterization of 3-aminopropyltriethoxysilane-modified superparamagnetic magnetite nanoparticles. *Chemistry Letters*, v. 33(11), p. 1468-1469, 2004.
- 19 ALKAN, M.; TEKIN, G.; NAMLI, H. FTIR and zeta potential measurements of sepiolite treated with some organosilanes. *Microporous and Mesoporous Materials*, v. 84, 75-83, 2005.
- 20 MA, M.; ZHANG, Y.; YU, W.; SHEN, H.-Y.; ZHANG, H.-Q.; GU, N. Preparation and characterization of magnetite nanoparticles coated by amino silane. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, v. 212, p. 219-226, 2003.

- 21 HOOK, D.J.; VARGO, T.G.; GARDELLA Jr., J.A.; LITWILER, K.S.; BRIGHT, F.V. Silanization of radio frequency glow discharge modified expanded poly(tetrafluoroethylene) using (aminopropyl)triethoxysilane. *Langmuir*, v. 7, p. 142-151, 1991.
- 22 NASSAR, E.J.; MESSADDEQ, Y.; RIBEIRO, S.J.L. Influência da catálise ácida e básica na preparação da sílica funcionalizada pelo método sol-gel. *Quím. Nova*, v. 25(1), p. 27-31, 2002.

CHARACTERIZATION OF COATED CoFe_2O_4 NANOPARTICLES WITH 3-AMINEPROPYLTRIETHOXYSILANE OBTAINED BY SOL-GEL PROCESS

ABSTRACT

Nowadays with the appear of nanoscience and nanotechnology, magnetic nanoparticles have been finding a variety of applications in the fields of biomedicine, diagnosis, molecular biology, biochemistry, catalysis, etc. The magnetic functionalized nanoparticles are constituted of a magnetic nucleus, involved by a polymeric layer with active sites, which could anchor since metals up to antibodies. These magnetic functionalized nanoparticles are considered organic-inorganic hybrid materials of great interest for commercial applications; among the important applications it can be mentioned: magnetic hyperthermia, drugs delivery, molecular recognition, biosensors, images of nuclear magnetic resonance, etc. The parameters studied in the recovering of CoFe_2O_4 nanoparticles by the polymeric bifunctional 3-aminepropyltriethoxysilane by sol-gel process were: pH, temperature, catalyst type, catalyst concentration, reaction time, ratios of $\text{H}_2\text{O}/\text{silane}$, type of medium, humectant agent and the efficiency of the recovering regarding to pH. The products obtained were characterized using the following technique FTIR.

Key-words: magnetic nanoparticles, CoFe_2O_4 , 3-aminepropyltriethoxysilane, sol-gel, organic-inorganic hybrid material.