

TỔNG HỢP CẤU TRÚC NANO LẬP PHƯƠNG $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ XỐP TỪ TIỀN CHẤT PRUSSIAN BLUE

Trần Quý Phương^{1*}, Trần Thái Hòa¹, Hồ Văn Minh Hải¹, Nguyễn Đức Cường²

¹Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

²Trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế

*Email: tqphuong.dhkh23@hueuni.edu.vn

Ngày nhận bài: 15/6/2026; ngày hoàn thành phản biện: 29/6/2026; ngày duyệt đăng: 29/6/2026

TÓM TẮT

Vật liệu khung hữu cơ – kim loại đang được xem là tiền chất tiềm năng trong chế tạo oxit kim loại có cấu trúc xốp. Trong đó, Prussian Blue (PB) được đánh giá là loại vật liệu tiền chất quan trọng cho việc chế tạo các oxide kim loại cấu trúc xốp nhờ đặc điểm mạng tinh thể bền vững và khả năng chuyển hóa hình thái hiệu quả bằng quá trình xử lý nhiệt. Trong nghiên cứu này, chúng tôi tổng hợp thành công PB có bề mặt trơn, dạng lập phương hoàn chỉnh, các khối phân tán và khá đồng đều. Sử dụng PB làm tiền chất, bằng quá trình nung với sự điều chỉnh nhiệt độ thích hợp, chúng tôi thu được vật liệu $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ có cấu trúc lập phương xốp. Các cấu trúc lập phương được sắp xếp từ các hạt nano $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ có kích thước nhỏ được hình thành do quá trình oxy hóa các liên kết –CN. Vật liệu có diện tích bề mặt riêng cao, hệ thống mao quản phong phú và mở rất tiềm năng trong nhiều lĩnh vực quan trọng như cảm biến khí, xúc tác, hấp phụ.

Từ khóa: Prussian Blue, tổng hợp, oxide kim loại, vật liệu nano, vật liệu xốp.

1. MỞ ĐẦU

Prussian Blue (PB) hay ferric hexacyanoferrate ($\text{Fe}^{\text{III}}_4[\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6]_3$) mặc dù được biết đến là một trong những vật liệu lâu đời nhất, nhưng lại gây nhiều sự quan tâm trở lại trong thời gian gần đây nhờ vào cấu trúc xốp và hiệu suất cảm biến độc đáo của nó [1]. Vật liệu dựa trên cấu trúc PB được ghi nhận có hoạt tính điện hóa cao và được ứng dụng hiệu quả trong các hệ cảm biến để phát hiện nhiều chất phân tích khác nhau do có cấu trúc mở và khả năng điều chỉnh thành phần của PBAs [2], [3], [4]. Bên cạnh đó, PB có cấu trúc lập phương tâm mặt (fcc), đồng thời các cation kim loại có thể dễ dàng được thay thế bằng các ion kim loại chuyển tiếp khác như Co, Ni, Mn mà không phá vỡ cấu

trúc tinh thể ban đầu, do đó từ PB có thể dễ dàng tổng hợp các dẫn xuất của nó (Prussian Blue Analogues, PBAs) với các tính chất được tăng cường [5], [6].

Cho tới nay, đã có nhiều các tiếp cận khác nhau để tổng hợp PB. Ví dụ, Wu và cộng sự báo cáo quá trình tổng hợp các hạt nano lập phương PB có kích thước khác nhau dưới sự hỗ trợ của sóng siêu âm. sử dụng tiền chất $\text{Fe}^{\text{III}}_4[\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6]_3$ trong môi trường axit. Việc kiểm soát hình dạng và kích thước của PB có thể được thực hiện thông qua sự thay đổi các điều kiện siêu âm [7]. Trong sự đa dạng cách tiếp cận, nhờ quá trình đơn giản, điều kiện tổng hợp ôn hòa, thủy nhiệt được xem là là phương pháp phổ biến và hiệu quả để tổng hợp có kiểm soát kích thước và hình thái tinh thể của PB [8]. Trong một nghiên cứu gần đây, PB đã được tổng hợp trong môi trường nước một cách đơn giản nhưng hiệu quả, ổn định và dễ kiểm soát cấu trúc, đồng thời ứng dụng xúc tác và quang xúc tác của PB trong xử lý nước cũng được nghiên cứu, khẳng định tiềm năng của cấu trúc khung mở của Prussian Blue [9]. Bên cạnh đó, để khai thác tối đa tiềm năng của cấu trúc xếp Prussian Blue, các nhà khoa học đã tập trung vào biến tính PB với nhiều thành phần chức năng khác nhau cho việc cải thiện hiệu năng của vật liệu trong các ứng dụng cảm biến và xúc tác. Rodrigues và cộng sự đã kết hợp PB với polymer dẫn (polyaniline) để tăng hiệu suất cảm biến đối với khí NH_3 (4 ppm/150 giây) ở nồng độ rất thấp [10]. Ngoài ra, các vật liệu PB biến tính đã được ứng dụng hiệu quả trong nhiều lĩnh vực khác, như cảm biến điện hóa và sinh học (glucose, H_2O_2), xúc tác và điện xúc tác, lưu trữ và chuyển hóa năng lượng (pin ion kim loại), cho thấy khả năng cải thiện đáng kể độ nhạy, độ chọn lọc và độ ổn định của vật liệu trong các điều kiện làm việc khác nhau [3], [11], [12]. Ở một nghiên cứu khác, Manivannan và cộng sự đã đưa thành công các hạt nano vàng (Au) vào lõi của cấu trúc dị thể 3D xếp Prussian blue/ Fe_2O_3 (PBFHM-Au), cải thiện tính xúc tác đáng kể so với vật liệu composite Au/ Fe_2O_3 chỉ gắn trên bề mặt thông thường [13].

Một hướng nghiên cứu thú vị được nhiều nhà khoa học quan tâm là sử dụng PB và PBAs làm tiền chất để tổng hợp oxide kim loại cấu trúc nano với độ xếp cao. Hu và cộng sự đã giới thiệu một phương pháp mới để chế tạo các hạt nano PB rỗng thông qua phản ứng tự ăn mòn có kiểm soát [14], từ đó sử dụng PB cấu trúc rỗng làm tiền chất để tổng hợp oxit sắt nano xếp siêu thuận từ với cấu trúc rỗng bên trong bằng quá trình phân hủy nhiệt [15]. Zhang và cộng sự [16] chế tạo các hộp lập phương phân cấp Fe_2O_3 kích thước micro với nhiều cấu trúc vỏ khác nhau bằng cách nung các vi lập phương PB đồng nhất trong không khí ở các nhiệt độ khác nhau. Cấu trúc nano lập phương Fe_2O_3 xếp được cấu tạo từ các hạt nano mịn đã được chế tạo thành thông qua sự phân hủy PB ở nhiệt độ cao [28]. Nhóm của Lou đã báo cáo sự chuyển đổi cấu trúc từ PBA Ni-Co dạng lập phương thành các nano lồng oxit hỗn hợp Ni-Co thông qua xử lý bằng amoniac ở nhiệt độ phòng, sau đó nung trong không khí [17].

Tuy nhiên, việc kiểm soát và duy trì được cấu trúc xếp của PB sau khi nung vẫn còn nhiều thách thức. Trong nghiên cứu này, chúng tôi đã đề xuất một quy trình đơn

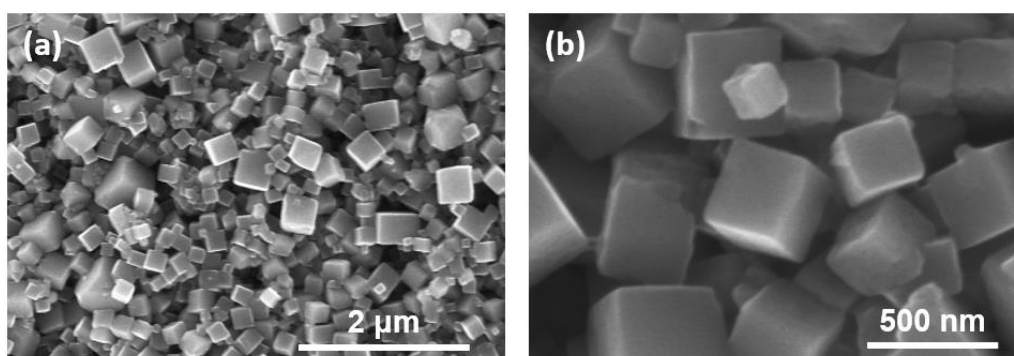
giản, ổn định, chi phí thấp để tổng hợp Prussian Blue và ứng dụng cấu trúc lập phương xếp của nó vào chế tạo vật liệu oxit kim loại cấu trúc xếp, nhằm tăng cường diện tích bề mặt và cải thiện những hạn chế đã được nêu ra một cách hiệu quả.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

Tất cả hóa chất bao gồm kali hexacyanoferrat (II) ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$), polyvinylpyrrolidone (PVP) và dung dịch HCl 0,1 M đều được mua từ Sigma-Aldrich và sử dụng trực tiếp mà không qua tinh chế thêm. Để tổng hợp tiền chất hạt nano Prussian Blue (PB), cân 0,11 g $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ và 3,8 g polyvinylpyrrolidone (PVP, K30, MW ~ 40000) rồi đem hòa tan trong 50 mL dung dịch HCl 0,1 M bằng máy khuấy từ trong 30 phút. Chuyển dung dịch màu vàng đồng nhất thu được vào bình thủy nhiệt Teflon dung tích 100 mL và đem ủ ở 90 °C. Sau 24 giờ, rửa hỗn hợp màu xanh thẫm nhiều lần bằng nước và ethanol, sấy ở 80 °C trong 24 giờ, ta thu được tiền chất hạt nano PB. Nung tiền chất PB thu được ở 500 °C trong 4 thời gian khác nhau: 3 giờ, 4 giờ, 5 giờ với tốc độ gia nhiệt 2 °C/phút trong môi trường không khí để tiến hành khảo sát thời gian nung tối ưu.

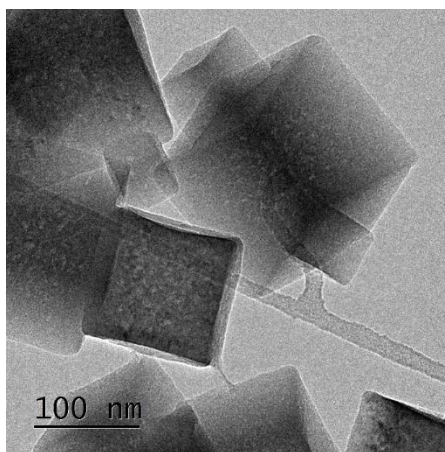
3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Hình thái của PB được đặc trưng bằng SEM và TEM trình bày trên Hình 1 và 2. Ảnh SEM ở các độ phóng đại khác nhau ở Hình 1 cho thấy vật liệu Prussian Blue được hình thành chủ yếu với hình thái lập phương tương đối đồng đều. Ảnh SEM độ phóng đại thấp (Hình 1a), có thể quan sát thấy số lượng lớn các hạt PB phân bố dày đặc trên toàn bộ bề mặt mẫu. Các hạt có hình lập phương khá đồng nhất và kích thước phân bố tương đối hẹp. Trong khi đó, ảnh SEM ở độ phóng đại cao hơn (Hình 1b) cho thấy rõ hơn hình thái bề mặt và cấu trúc hình học của các hạt PB. Các hạt có dạng lập phương với cạnh và góc rõ nét, bề mặt trơn và kích thước nằm trong khoảng 200 – 300 nanomet.



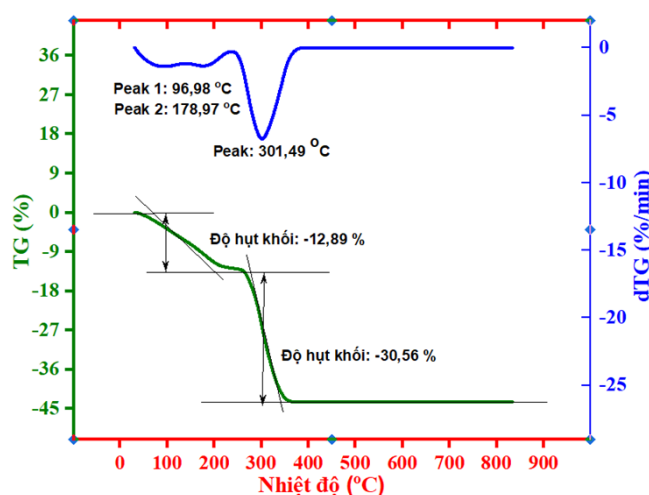
Hình 1. Hình ảnh SEM độ phân giải thấp (a) và cao (b) của tiền chất PB.

Để quan sát rõ hơn hình thái của PB, chúng tôi tiếp tục đặc trưng bằng TEM, được trình bày trên Hình 2. Ảnh TEM cho thấy các hạt Prussian Blue được hình thành với hình thái lập phương tương đối đồng đều và các cạnh tinh thể rõ nét. Ảnh có sự khác biệt về độ tương phản giữa vùng trung tâm và phần rìa của các hạt lập phương có thể liên quan đến sự thay đổi chiều dày vật liệu. Do PB thuộc nhóm vật liệu metal-organic framework (MOF) hay Prussian Blue analogue (PBA), cấu trúc của vật liệu vốn chứa nhiều khoảng rỗng và kênh khuếch tán bên trong mạng tinh thể, dẫn đến độ tương phản TEM thấp hơn so với các vật liệu vô cơ đặc thông thường. Kết quả TEM xác nhận sự hình thành thành công của các tinh thể Prussian Blue dạng lập phương.



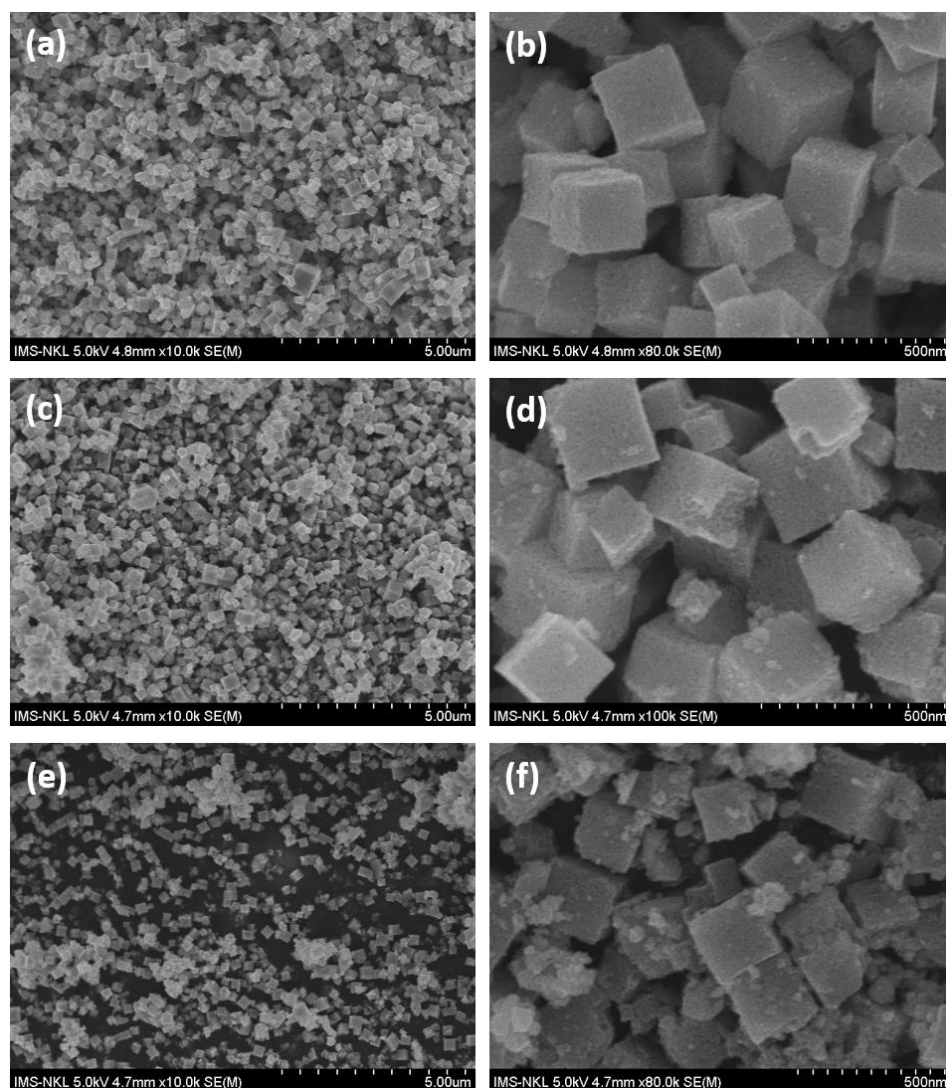
Hình 2. Ảnh TEM của PB.

Để chuyển pha PB sang pha oxit sắt cần phải thực hiện quá trình nung trong không khí. Vì vậy, chúng tôi thực hiện phân tích TG – dTG (Hình 3) để làm rõ hơn quá trình tiền chất PB phân hủy nhiệt, từ đó tìm điều kiện nung phù hợp. Kết quả cho thấy quá trình trải qua ba bước phân hủy nhiệt đặc trưng, phù hợp với các báo cáo trước đó [18], [19]. Giai đoạn I ở đỉnh 96,98 °C trong khoảng nhiệt 30 – 150 °C; Giai đoạn II được ghi nhận tại đỉnh 178,97 °C trong khoảng 150 – 220 °C và ổn định khối lượng trong một khoảng nhỏ 200 – 270 °C, sau hai giai đoạn I và II, mẫu giảm 12,89% khối lượng, nguyên nhân được gán cho sự mất nước trong cấu trúc PB. Giai đoạn III xảy ra tại đỉnh cực đại 301,49 °C, lúc này khung Fe-CN-Fe bị phân hủy và oxi hóa các nhóm -CN-, khối lượng giảm đến 30,56% trong khoảng nhiệt 270 – 370 °C. Sau đó, từ 370 °C trở đi, đường TG gần như ổn định, xác nhận quá trình giải phóng cyanide kết thúc, còn lại sản phẩm cuối cùng là Fe_2O_3 . Phép đo này giúp tính toán tổng khối lượng hao hụt khá lớn (43,45%), có nghĩa rằng khi quá trình nung trên 400 °C trở lên, pha Fe_2O_3 bền nhiệt được hình thành, sản phẩm tạo thành có độ ổn định cao.



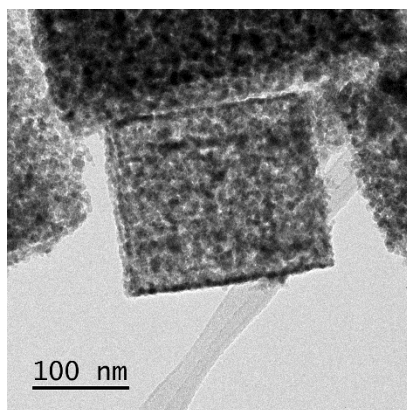
Hình 3. Giản đồ tích nhiệt TG – dTG của tiền chất Prussian Blue trong môi trường không khí.

Trên cơ sở kết quả phân tích TG – dTG, nhiệt độ nung 500 °C được lựa chọn để chuyển hóa tiền chất Prussian Blue (PB) thành Fe_2O_3 . Để khảo sát ảnh hưởng của thời gian xử lý nhiệt đến hình thái vật liệu, các mẫu được nung ở 500 °C trong khoảng thời gian từ 3 đến 5 giờ. Kết quả SEM được trình bày trong Hình 4. Có thể thấy rằng cấu trúc lập phương đặc trưng của tiền chất PB vẫn được duy trì sau quá trình nung, cho thấy sự chuyển hóa vật liệu diễn ra theo cơ chế kế thừa hình thái (shape-preserved transformation). Đối với mẫu nung trong 3 giờ (Hình 4a,b), các hạt có dạng lập phương đồng đều, phân bố tương đối dày đặc và vẫn giữ được các cạnh, góc sắc nét. Tuy nhiên bề mặt của hạt trở nên khô ráp, nhìn giống như các khối xếp. Khi tăng thời gian nung lên 4 giờ (Hình 4c,d), hình thái lập phương vẫn được bảo toàn, tuy nhiên bắt đầu xuất hiện hiện tượng kết tụ giữa các hạt. Đồng thời, ảnh SEM độ phân giải cao cho thấy một số hạt lập phương có dấu hiệu sụp đổ cục bộ tại các góc và cạnh, kèm theo sự xuất hiện của các hạt nano nhỏ trên bề mặt, được cho là hình thành từ quá trình phá vỡ một phần cấu trúc lập phương trong quá trình nung kéo dài. Khi thời gian nung tăng lên 5 giờ (Hình 4e,f), mức độ phá hủy cấu trúc trở nên rõ rệt hơn. Mặc dù một số hạt vẫn duy trì được hình dạng lập phương ban đầu, nhiều hạt đã bị biến dạng hoặc phân rã thành các hạt nano nhỏ, dẫn đến sự gia tăng đáng kể số lượng các hạt thứ cấp bám trên bề mặt và giữa các khối lập phương. Những kết quả này cho thấy thời gian nung có ảnh hưởng đáng kể đến độ ổn định hình thái của vật liệu. Trong số các điều kiện khảo sát, mẫu nung ở 500 °C trong 3 giờ cho khả năng bảo toàn cấu trúc lập phương tốt nhất, đồng thời hạn chế sự phá hủy cấu trúc và sự hình thành các hạt thứ cấp. Do đó, thời gian nung 3 giờ được lựa chọn là điều kiện tối ưu cho quá trình tổng hợp Fe_2O_3 có cấu trúc lập phương xếp.



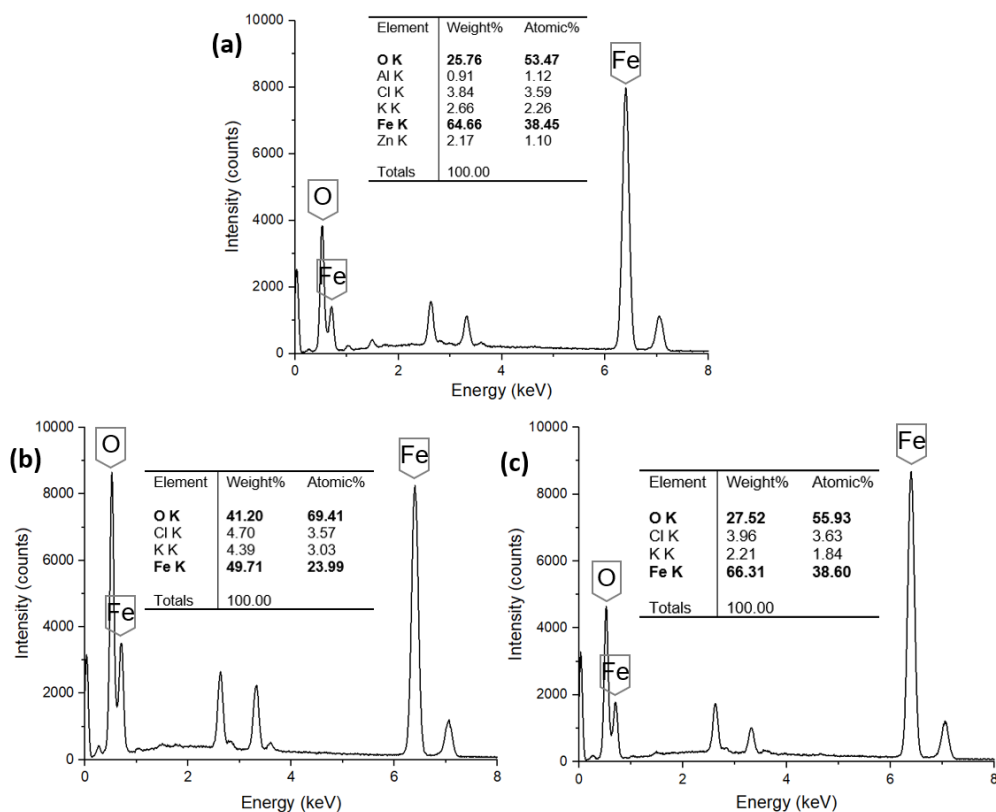
Hình 4. Hình ảnh SEM Fe_2O_3 với thời gian nung khác nhau: (a,b) 3 giờ, (c,d) 4 giờ và (e,f) 5 giờ.

Để quan sát rõ hơn cấu trúc lập phương xốp, chúng tôi phân tích TEM đối với mẫu nung 3 giờ, được trình bày trên Hình 5. Qua hình ảnh TEM có thể thấy vật liệu có cấp trúc lập phương xốp được hình thành do các hạt nano Fe_2O_3 liên kết với nhau. Có thể thấy rõ các khoảng trống trong toàn bộ cấu trúc lập phương cho thấy vật liệu có độ xốp rất cao. Với cấu trúc độc đáo vật liệu sẽ rất tiềm năng cho nhiều ứng dụng quan trọng như xúc tác, hấp phụ, cảm biến khí vì cấu trúc này sẽ tạo ra rất nhiều tâm hoạt động, bên cạnh đó các chất mục tiêu dễ dàng tiếp xúc với các tâm hoạt động và cũng dễ dàng giải phóng các sản phẩm sau phản ứng.



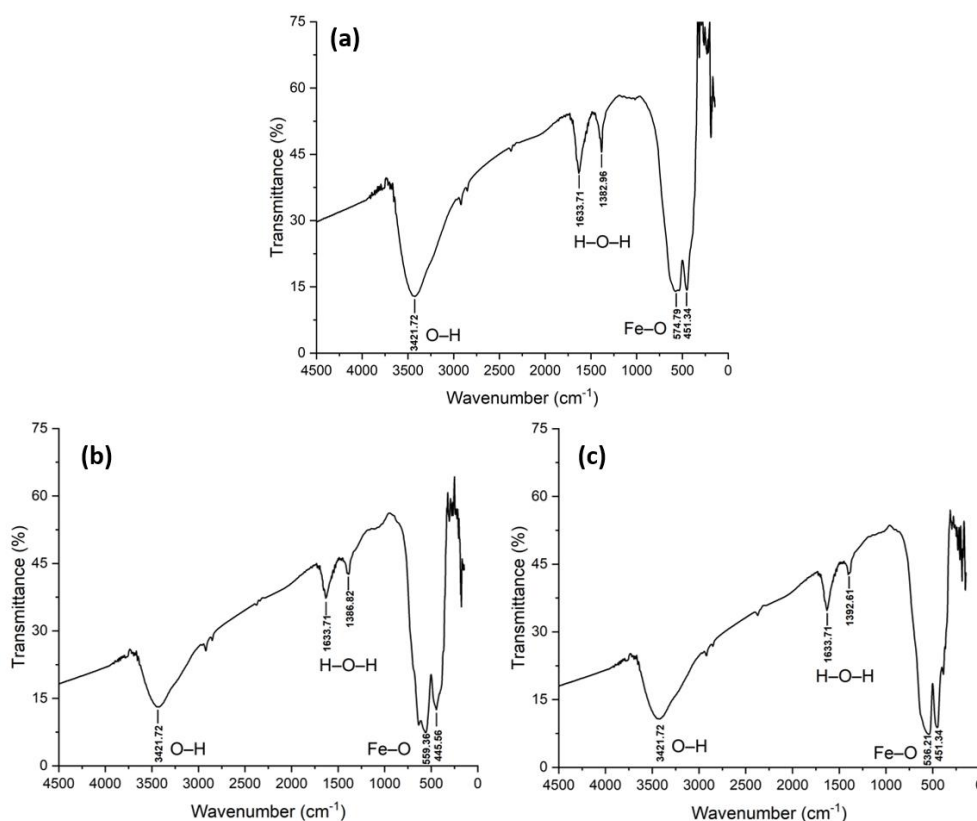
Hình 5. (a) Hình ảnh SEM độ phân giải cao; (b) Hình ảnh TEM của các khối nano γ - Fe_2O_3 xốp sau thời gian nung 3 giờ.

Phổ EDX (Hình 6) của các mẫu với thời gian nung khác nhau đều cho thấy sự hiện diện chủ yếu của hai nguyên tố Fe và O, chứng minh sự hình thành của vật liệu Fe_2O_3 sau quá trình nung tiền chất Prussian Blue. Đỉnh đặc trưng xuất hiện tại khoảng 0,5 keV được gán cho nguyên tố O, trong khi các đỉnh cường độ mạnh tại khoảng 6,4 và 7,0 keV tương ứng với các mức chuyển tiếp Fe $K\alpha$ và Fe $K\beta$ của Fe. Kết quả phù hợp với các nghiên cứu trước đây về vật liệu γ - Fe_2O_3 dẫn xuất từ PB [20], [21]. Thành phần nguyên tố cũng cho thấy cả 3 mẫu đều có tỉ lệ nguyên tử Fe/O $\sim 2/3$, cho thấy ở thời gian nung 3 giờ đã hình thành pha Fe_2O_3 hoàn chỉnh.



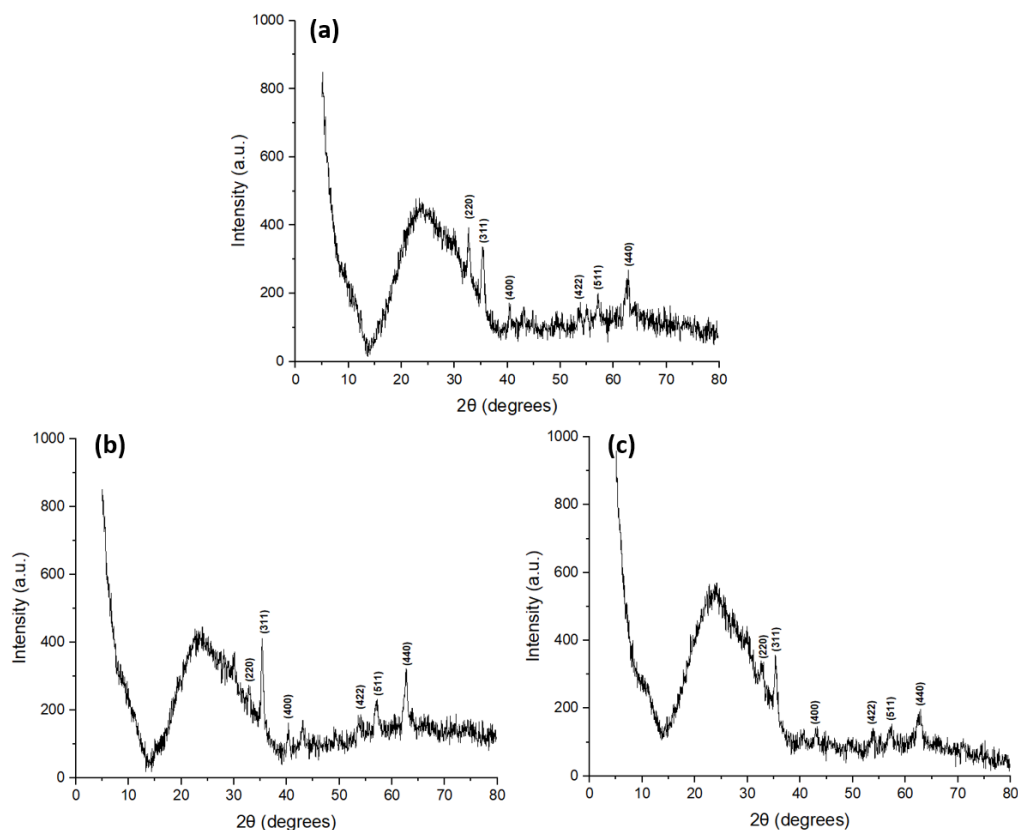
Hình 6. Phổ EDX của các mẫu (a) 3 giờ, (b) 4 giờ, (c) 5 giờ.

Phổ hồng ngoại IR trình bày ở Hình 7 của các mẫu 3 giờ, 4 giờ và 5 giờ đều xuất hiện dải hấp thụ rộng tại đỉnh cực đại $3421,72\text{ cm}^{-1}$, được gán cho dao động kéo giãn của nhóm -OH . Các đỉnh nhỏ xuất hiện trong vùng khoảng $1382,96 - 1633,71\text{ cm}^{-1}$ được quy cho dao động uốn của H-O-H . Các đỉnh hấp thụ mạnh xuất hiện trong vùng $445,56 - 574,79\text{ cm}^{-1}$ là đặc trưng cho sự hiện diện của liên kết Fe-O . Kết quả phép đo IR đã xác nhận sự hình thành thành công của $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ở cả ba mẫu thông qua dao động đặc trưng của liên kết Fe-O .



Hình 7. Phổ IR của các mẫu (a) 3 giờ, (b) 4 giờ, (c) 5 giờ.

Hình 8 thể hiện phổ nhiễu xạ tia X (XRD) của các sản phẩm với thời gian nung khác nhau. Nhìn chung, tất cả đều có các đỉnh nhiễu xạ xuất hiện tại các mức 2θ khoảng 30° , 35° , 43° , 57° và 63° lần lượt được quy cho các mặt tinh thể (220), (311), (400), (511) và (440) cho thấy sự hình thành pha $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ cấu trúc spinel lập phương đặc trưng, phù hợp với giá trị chuẩn của maghemite theo thẻ JCPDS no. 39-1346. Đối với mẫu nung 3 giờ, các đỉnh nhiễu xạ của $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ xuất hiện rõ ràng, chứng tỏ quá trình chuyển pha từ PB sang $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ đã xảy ra hoàn toàn. Tuy nhiên, các peak nhiễu xạ của mẫu nung 3 giờ có cường độ thấp, đây là đặc trưng của các hạt nano có kích thước. Khi tăng thời gian phản ứng lên 4 giờ và 5 giờ, các đỉnh nhiễu xạ đại diện cho các mặt (311), (511) và (440) trở nên sắc nét hơn và có cường độ cao hơn chứng tỏ độ kết tinh của $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ được cải thiện đáng kể, cũng như sự hình thành các hạt nano có kích thước lớn như quan sát ở SEM.



Hình 8. Phổ XRD của các mẫu với thời gian nung khác nhau: (a) 3 giờ, (b) 4 giờ và (c) 5 giờ.

Từ kết quả của các phép đo trên, có thể nhận thấy rằng thời gian phản ứng ảnh hưởng nhiều đến quá trình hình thành hình thái, cấu trúc xốp và độ kết tinh của khối nano xốp $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dẫn xuất từ Prussian Blue. Kết quả SEM và TEM đã chỉ ra sản phẩm nung trong 3 giờ thể hiện hình thái tối ưu nhất với các khối nano hình lập phương được bảo toàn, tương đối đồng đều và mức độ kết tụ thấp nhất. Các phép đo EDX, IR và XRD cũng cho thấy sự hình pha $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ đã xảy ra hoàn toàn ở thời gian nung 3 giờ. Vì vậy, chúng tôi lựa chọn đây là thời gian nung tối ưu để tổng hợp cấu trúc $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ lập phương xốp.

4. KẾT LUẬN

Trong nghiên cứu này, PB được tổng hợp bằng phương pháp thủy nhiệt và sử dụng làm tiền chất để điều chế vật liệu $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ lập phương xốp. Bằng các phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM), hiển vi điện tử truyền qua (TEM), nhiễu xạ tia X (XRD), phổ hồng ngoại (IR) và phổ tán sắc năng lượng tia X (EDX). Các kết quả SEM và TEM cho thấy vật liệu thu được do các hạt nano liên kết tạo thành mạng xốp ba chiều với hình thái khối lập phương đặc trưng được kế thừa từ tiền chất PB. Kết quả cho thấy quá trình

nung ảnh hưởng nhiều tới hình thái của vật liệu, với thời gian nung 3 giờ ở 500 °C thu được cấu trúc lập phương có hình thái tốt nhất. Trong khi đó, với sự gia tăng thời gian nung sẽ làm phá hủy cấu trúc lập phương. Với cấu trúc xốp độc đáo vật liệu sẽ rất tiềm năng cho các lĩnh vực xúc tác, hấp phụ và cảm biến khí.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được thực hiện với sự hỗ trợ từ Học bổng Tiến sĩ VinIF 2025. Nhóm tác giả xin chân thành cảm ơn Chương trình Học bổng VinIF đã tạo điều kiện và hỗ trợ cho quá trình thực hiện nghiên cứu.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Komkova, M. A., Karyakina, E. E., & Karyakin, A. A. (2017). Noiseless performance of prussian blue based (Bio) sensors through power generation. *Analytical chemistry*, 89(12), 6290-6294.
- [2] Chen, W. T., Yan, C. F., Yu, C. J., Liao, Y. C., & Chen, C. F. (2024). Highly catalytic Prussian blue analogues and their application on the three-dimensional origami paper-based sweat sensors. *Biosensors and Bioelectronics*, 254, 116188.
- [3] Lin, Y., Ma, Y., & Ye, J. (2024). A modified Prussian blue biosensor with improved stability based on the use of self-assembled monolayers and polydopamine for quantitative L-glutamate detection. *Microchimica Acta*, 191(4), 207.
- [4] Wang, J., Qiu, L., Huang, H., Pan, Z., Guo, X., Wang, T., ... & Yu, H. (2025). Prussian blue derived γ -Fe₂O₃ nanocubes grown in situ on Ti₃C₂T_x MXene to construct heterostructure for ultralow-concentration H₂S sensing. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 442, 138104.
- [5] Nai, J., & Lou, X. W. (2019). Hollow structures based on prussian blue and its analogs for electrochemical energy storage and conversion. *Advanced Materials*, 31(38), 1706825.
- [6] Bornamehr, B., Presser, V., Zarbin, A. J., Yamauchi, Y., & Husmann, S. (2023). Prussian blue and its analogues as functional template materials: control of derived structure compositions and morphologies. *Journal of materials chemistry A*, 11(20), 10473-10492.
- [7] Wu, X., Cao, M., Hu, C., & He, X. (2006). Sonochemical synthesis of Prussian blue nanocubes from a single-source precursor. *Crystal growth & design*, 6(1), 26-28.
- [8] Shi, J., Du, M., Zhang, G., Shi, Y., Su, Y., Liu, X., & Pang, H. (2024). Structural properties, design strategies, and morphology control of micro/nanoscaled prussian blue and its analogues. *Materials Today Chemistry*, 38, 102063.
- [9] Concina, I. (2024). An old material for a new world: Prussian blue and its analogues as catalysts for modern needs. *Inorganics*, 12(4), 124.
- [10] da Luz Rodrigues, I., Correia, G. S., dos Santos, C. C., & Mendonça, L. T. B. (2024). A novel prussian blue/polyaniline composite gas sensor for fast detection of ammonia. *Materials Letters*, 358, 135859.

- [11] Nguyen, T. X., Patra, J., Yang, K. H., Saputro, B. W., Clemens, O., Chang, J. K., & Ting, J. M. (2024). Modified multi-metal Prussian blue analogues toward high-performance cathode for sodium-ion battery. *Journal of Power Sources*, 624, 235514.
- [12] Wang, L., Wang, R., Lai, L., Younas, W., Mao, G., Zhang, L., & Liu, Q. (2024). Defective TiO_2 composite photoanodes with surface-modified Prussian blue for efficient photoelectrochemical water splitting. *Catalysis Science & Technology*, 14(20), 5918-5924.
- [13] Kumar, S., Viswanathan, P., Viji, M., Kim, K., & Manivannan, S. (2024). Infiltrated electrodeless deposition of gold nanoparticles on porous Prussian blue- Fe_2O_3 hetero-microstructures for environmental remediation applications: A novel infiltration strategy to form 3-D nano-catalytic networks. *Applied Surface Science*, 678, 161090.
- [14] Hu, M., Furukawa, S., Ohtani, R., Sukegawa, H., Nemoto, Y., Reboul, J., ... & Yamauchi, Y. (2012). Synthesis of Prussian blue nanoparticles with a hollow interior by controlled chemical etching. *Angewandte Chemie-International Edition*, 51(4), 984-988.
- [15] Hu, M., Belik, A. A., Imura, M., Mibu, K., Tsujimoto, Y., & Yamauchi, Y. (2012). Synthesis of superparamagnetic nanoporous iron oxide particles with hollow interiors by using Prussian blue coordination polymers. *Chemistry of Materials*, 24(14), 2698-2707.
- [16] Zhang, L., Wu, H. B., Madhavi, S., Hng, H. H., & Lou, X. W. (2012). Formation of Fe_2O_3 microboxes with hierarchical shell structures from metal-organic frameworks and their lithium storage properties. *Journal of the American Chemical Society*, 134(42), 17388-17391.
- [17] Han, L., Yu, X. Y., & Lou, X. W. (2016). Formation of Prussian-Blue-Analog Nanocages via a Direct Etching Method and their Conversion into Ni-Co-Mixed Oxide for Enhanced Oxygen Evolution. *Advanced Materials (Deerfield Beach, Fla.)*, 28(23), 4601-4605.
- [18] Parajuli, D., Tanaka, H., Sakurai, K., Hakuta, Y., & Kawamoto, T. (2021). Thermal decomposition behavior of prussian blue in various conditions. *Materials*, 14(5), 1151.
- [19] Allen, J. F., & Bonnette Jr, A. K. (1974). Thermal decomposition of Prussian blue: Isotopic labeling with Mössbauer-inactive Fe-56. *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry*, 36(5), 1011-1016.
- [20] Abouelkheir, S. S., Ibrahim, H. A., & Beltagy, E. A. (2023). Functionalized maghemite superparamagnetic iron oxide nanoparticles ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -SPIONs)-amylase enzyme hybrid in biofuel production. *Scientific Reports*, 13(1), 11117.
- [21] Hoang, B. N., Nguyen, M. L., Hoang, M. A., & Doan, Q. M. T. (2024). Green synthesis of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ using orange peel extract and application to remove Congo red. *Journal of Chemical Research*, 48(6), 17475198241301476.

SYNTHESIS OF POROUS CUBIC γ -Fe₂O₃ NANOSTRUCTURES DERIVED FROM A PRUSSIAN BLUE PRECURSOR

Tran Quy Phuong^{1*}, Tran Thai Hoa¹, Ho Van Minh Hai¹, Nguyen Duc Cuong²

¹University of Sciences, Hue University

²University of Education, Hue University

*Email: tqphuong.dhkh23@hueuni.edu.vn

ABSTRACT

Metal–organic framework materials are considered promising precursors for the fabrication of porous metal oxides. Among them, Prussian Blue (PB) has been regarded as an important precursor for preparing porous metal oxide structures due to its stable crystal framework and its ability to transform morphology through thermal treatment effectively. In this study, we successfully synthesized PB with a smooth surface and a well-defined cubic morphology, in which the particles that were well-dispersed and relatively uniform. Using PB as a precursor and applying a calcination process with appropriate temperature control, we obtained porous cubic γ -Fe₂O₃ structures. These cubic architectures were assembled from small γ -Fe₂O₃ nanoparticles formed through the oxidation of –CN bonds. The obtained material exhibited a high specific surface area together with an abundant and open pore system, showing great potential for important applications such as gas sensing, catalysis, and adsorption.

Keywords: Prussian Blue, synthesis, metal oxides, nanomaterials, porous materials.