

# Chế tạo màng mỏng $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ trên đế FTO bằng phương pháp phủ điện hóa kết hợp xử lý nhiệt làm điện cực cho phản ứng sinh khí hydrogen (HER)

Hoàng Minh Nhật<sup>1,2</sup>, Nguyễn Thị Kim Ngân<sup>1,2</sup>, Nguyễn Thái Hoàng<sup>1,2</sup>, Lê Viết Hải<sup>1,2,\*</sup>



Use your smartphone to scan this QR code and download this article

<sup>1</sup>Đại học Quốc gia Thành phố Hồ Chí Minh, Việt Nam

<sup>2</sup>Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Thành phố Hồ Chí Minh, Việt Nam

## Liên hệ

**Lê Viết Hải**, Đại học Quốc gia Thành phố Hồ Chí Minh, Việt Nam

Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Thành phố Hồ Chí Minh, Việt Nam

Email: lvhai@hcmus.edu.vn

## Lịch sử

- Ngày nhận: 10-10-2025
- Ngày sửa đổi: 30-11-2025
- Ngày chấp nhận: 25-06-2026
- Ngày đăng: 28-06-2026

**DOI:** <https://doi.org/10.32508/vnuhcmj-arns.v10i2.1485>



Check for updates

## Bản quyền

© Tạp chí ĐHQG Tp.HCM. Đây là bài báo công bố mở được phát hành theo các điều khoản của the Creative Commons Attribution 4.0 International license.

## TÓM TẮT

Sản xuất hydrogen xanh bằng công nghệ phân tách nước có triển vọng mở ra tương lai về một nền kinh tế hydrogen và giải quyết vấn đề biến đổi khí hậu do sử dụng nhiên liệu hóa thạch. Các nghiên cứu hiện nay phát triển vật liệu xúc tác mới trên cơ sở vật liệu có trữ lượng lớn trong tự nhiên và hiệu quả về mặt kinh tế nhằm thay thế các xúc tác từ kim loại quý. Trong số đó,  $\text{MoS}_2$  là một chất xúc tác tiềm năng cho quá trình phân tách nước có thể tổng hợp từ kim loại chuyển tiếp molybdenum có trữ lượng lớn trong tự nhiên. Bài báo trình bày sự phát triển quy trình phủ điện hóa bằng phương pháp quét thể vòng tuần hoàn (CV) để tạo màng lai molybdenum disulfide-molybdenum trioxide ( $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) trên đế FTO trong một bước đơn giản và chi phí thấp. Màng vô định hình ban đầu có thể kết tinh ở nhiệt độ thấp ( $120^\circ\text{C}$ ), khác biệt với các phương pháp thông thường yêu cầu nhiệt độ cao. Theo đó, màng mỏng  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$  (500 nm) được phủ điện hóa trên đế thủy tinh dẫn FTO (ký hiệu  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}/\text{FTO}$ ) từ dung dịch điện ly chứa  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$  5 mM,  $\text{Na}_2\text{S}$  30 g/L;  $\text{KCl}$  0,1 M bằng phương pháp CV. Hoạt tính xúc tác điện hóa của điện cực  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}/\text{FTO}$  đối với phản ứng sinh khí hydrogen (HER) được khảo sát trong dung dịch  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M sử dụng phương pháp quét thể tuyến tính (LSV). Màng hình thành bằng phương pháp CV có màu nâu và có cấu trúc vô định hình. Khi xử lý nhiệt ở  $120^\circ\text{C}$ , cấu trúc vô định hình chuyển sang cấu trúc tinh thể với thành phần pha gồm  $\text{MoS}_2$  và  $\text{MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ . Kết quả đo LSV cho thấy hoạt tính xúc tác của điện cực được cải thiện đáng kể khi xử lý ở nhiệt độ  $120^\circ\text{C}$  với độ dốc Tafel 80 mV/dec, mật độ dòng tăng 2,75 lần so với điện cực chưa xử lý. Điện cực  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}/\text{FTO}$  chế tạo được có hoạt tính xúc tác cao và ổn định trong môi trường acid  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M. Những kết quả này cho thấy  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}/\text{FTO}$  là một hệ xúc tác tiềm năng, dễ chế tạo và phù hợp cho các ứng dụng hydrogen xanh.

**Từ khóa:**  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ , phản ứng sinh khí hydrogen (HER), phân tách nước, phủ điện hóa, xử lý nhiệt, màng mỏng

## GIỚI THIỆU

Công nghệ phân tách nước sản xuất khí hydrogen với ưu điểm không gây phát thải khí nhà kính (hydrogen xanh) đã được phát triển ứng dụng trong công nghiệp. Tuy nhiên, việc khai thác, sản xuất hydrogen từ nước còn nhiều thách thức do phản ứng phân tách nước đòi hỏi cung cấp năng lượng lớn<sup>1</sup>. Phản ứng phân tách nước là quá trình oxy hóa khử nước gồm hai bán phản ứng, phản ứng oxy hóa nước tạo khí oxygen (oxygen evolution reaction, OER) và bán phản ứng khử tạo khí hydrogen (hydrogen evolution reaction, HER). Phản ứng phân tách nước thành oxygen và hydrogen đòi hỏi tổng năng lượng tự do Gibbs ( $\Delta G^0$ ) gần  $238 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$  tương đương 1,23 eV với thế khử chuẩn của cặp  $\text{H}^+/\text{H}_2$  và  $\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$  tương ứng là 0 V và 1,23 V<sup>1,2</sup>. Các vật liệu xúc tác hiệu quả nhất có nguồn gốc từ các kim loại quý (Pt,  $\text{RuO}_2$ ,  $\text{IrO}_2$ , v.v.) đã được sử dụng làm vật liệu xúc tác cho phản ứng

HER và OER<sup>3</sup>.

Các nghiên cứu hiện nay phát triển vật liệu xúc tác mới trên cơ sở vật liệu có trữ lượng lớn trong tự nhiên và hiệu quả về mặt kinh tế nhằm thay thế các xúc tác từ kim loại quý<sup>3</sup>. Trong số đó,  $\text{MoS}_2$  là một chất xúc tác tiềm năng cho quá trình phân tách nước có thể tổng hợp từ kim loại chuyển tiếp molybdenum có trữ lượng lớn trong tự nhiên<sup>4-6</sup>.  $\text{MoS}_2$  là một chất bán dẫn có vùng cấm trực tiếp là 1,7 eV<sup>6</sup>. Các nghiên cứu cho thấy hoạt tính xúc tác phụ thuộc vào kích thước và số lớp của  $\text{MoS}_2$ <sup>7</sup>. Các khối molybdenum disulfide xuất hiện dưới dạng molybdenite, có cấu trúc xếp lớp hình lục giác bao gồm các tấm S – Mo – S được xếp chồng lên nhau tương tự như graphene thông qua lực liên kết van der Waals<sup>5</sup>. Dựa vào thứ tự sắp xếp của các lớp nguyên tử,  $\text{MoS}_2$  được chia ra thành ba pha tinh thể: 2H (hexagonal), 3R (Rhombohedral) và 1T (tetragonal) trong đó phần số là biểu thị số lượng lớp

**Trích dẫn bài báo này:** Minh Nhật H, Kim Ngân N T, Thái Hoàng N, Viết Hải L. **Chế tạo màng mỏng  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$  trên đế FTO bằng phương pháp phủ điện hóa kết hợp xử lý nhiệt làm điện cực cho phản ứng sinh khí hydrogen (HER)**. VNUHCM J. Adv. Res. Nat. Sci. 2026; 10(2):3645-3653.

trong ô đơn vị tinh thể. Các lớp nguyên tử S và Mo có cấu trúc hình lục giác và mỗi nguyên tử Mo nằm ở trung tâm của lăng trụ tam giác được tạo bởi 6 nguyên tử S. Độ dài liên kết của Mo-S có giá trị là 2,42 Å<sup>5</sup>. Trong ba dạng này, dạng cấu trúc 2H và 3R hình thành một cách tự nhiên, và có độ bền nhiệt động cao. Dạng cấu trúc 1T là dạng giả bền, mang tính kim loại nên có độ dẫn điện cao. Cấu trúc ổn định 2H thuộc nhóm không gian (space group) P63/mmc. Cả hai loại 1T và 3R đều chuyển pha về dạng 2H khi gia nhiệt<sup>8</sup>.

Vật liệu MoS<sub>2</sub> dạng khối đã được nghiên cứu làm chất xúc tác cho phản ứng tạo khí hydrogen từ những năm 1977 nhưng hoạt tính xúc tác kém do độ dẫn điện thấp<sup>9</sup>. Gần đây, Jing Wang và cộng sự đã chế tạo thành công các hạt nano MoS<sub>2</sub> như pha kim loại (1T-MoS<sub>2</sub>) bằng phương pháp thủy nhiệt, cho thấy khả năng xúc tác cao cho phản ứng giải phóng khí hydrogen với quá thế rất thấp là 210 mV (so với RHE) cùng mật độ dòng 10 mA cm<sup>-2</sup>. Các hạt nano MoS<sub>2</sub> cũng cho thấy độ bền cao và có sự thay đổi không đáng kể ở mật độ dòng 50 mA cm<sup>-2</sup> sau 2000 chu kỳ trong môi trường 0,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub><sup>10</sup>. Ramunas Levinas và cộng sự chế tạo màng MoS<sub>2-x</sub> trên đế kim loại đồng ở điện thế -1 V (so với Ag/AgCl) ở các thời gian điện phân khác nhau. Kết quả cho thấy thời gian điện phân 7200 giây cho hoạt tính xúc tác tốt nhất với quá thế 180 mV ở mật độ dòng 10 mA cm<sup>-2</sup> cho phản ứng HER trong môi trường 0,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub><sup>11</sup>.

Gần đây, Liufang He và cộng sự đã sử dụng phương pháp thủy nhiệt kết hợp lắng đọng hơi hóa học để chế tạo vật liệu MoS<sub>2</sub> phủ lên MoO<sub>3</sub> trên đế gỗ than hóa (MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub> /CW). Vật liệu này cho thấy hiệu quả xúc tác tốt và ổn định, với quá thế 106 mV tại mật độ dòng 10 mA cm<sup>-2</sup>, cùng độ bền cao sau 100 giờ điện phân trong môi trường acid<sup>12</sup>. Bên cạnh đó, S. Vibavakumar và cộng sự cũng đã chứng minh cấu trúc MoO<sub>3</sub>/MoS<sub>2</sub> cho hoạt tính xúc tác khi sử dụng làm vật liệu thay thế cho xúc tác Pt trong pin mặt trời chất nhạy quang<sup>13</sup>. Tương tự, Sagar Mallick chứng minh cấu trúc MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub> giúp tăng cường hoạt tính quang xúc tác so với màng MoO<sub>3</sub><sup>14</sup>.

Bài báo trình bày sự phát triển quy trình phủ điện hóa bằng phương pháp quét thế vòng tuần hoàn (CV) để tạo màng lai molybdenum disulfide-molybdenum trioxide (MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O) trên đế FTO trong một bước đơn giản và chi phí thấp. Màng vô định hình ban đầu có thể kết tinh ở nhiệt độ thấp (120 °C), khác biệt với các phương pháp thông thường yêu cầu nhiệt độ cao. Hình thái và thành phần pha của màng sản phẩm được phân tích bằng phương pháp kính hiển vi điện tử quét có độ phân giải cao (FESEM) và phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD). Hoạt tính xúc tác điện hóa cho phản ứng HER của điện cực MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O

/FTO được khảo sát trong các môi trường H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M sử dụng phương pháp quét thế tuyến tính (LSV).

## VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

### Hóa chất

Ammonium molybdate tetrahydrate ((NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O 99%, Sigma-Aldrich), sodium sulfide nonahydrate (Na<sub>2</sub>S.9H<sub>2</sub>O 98+% Acros Organics), potassium chloride (KCl 99,5%, Merck), sulfuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 95-97% Merck), ước cất 2 lần (pH 7,5; độ dẫn < 2mS cm<sup>-1</sup>), điện cực FTO, Greatcellsolar Material (100 mm × 100 mm × 2,2 mm – 15Ω sq<sup>-1</sup>).

### Chế tạo màng MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O trên đế FTO bằng phương pháp điện hóa

Màng mỏng MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O được chế tạo trên đế FTO bằng phương pháp CV sử dụng thiết bị điện hóa Gamry Instrument Interface 1010T theo các điều kiện đã thiết lập trong các nghiên cứu trước đó gồm khoảng thế -1 V đến 1 V (so với Ag/AgCl), tốc độ quét thế 50 mV.s<sup>-1</sup>, số chu kỳ quét thế 20<sup>15</sup>. Tế bào điện phân là hệ ba điện cực bao gồm điện cực làm việc là tấm FTO kích cỡ 1 cm × 1,5 cm, được cố định điện tích làm việc bằng 1,0 cm<sup>2</sup>, điện cực so sánh là Ag/AgCl trong KCl 3,5 M, điện cực đối là tấm platin. Dung dịch điện phân gồm (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O 5 mM, Na<sub>2</sub>S.9H<sub>2</sub>O 30 mM và KCl 0,1 M pha trong nước cất và điều chỉnh đến pH 6 bằng dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 20%<sup>15</sup>. Sau quá trình điện phân tạo màng, điện cực được rửa lại bằng nước cất, để khô tự nhiên và sau đó sấy ở 120 °C trong 30 phút để thu được điện cực MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O /FTO. Bên cạnh đó, các điện cực cũng được sấy ở 90 °C và 150 °C trong cùng khoảng thời gian nhằm đánh giá ảnh hưởng của nhiệt độ sấy đến hoạt tính điện hóa của điện cực.

### Phân tích thành phần, hình thái và cấu trúc của điện cực sau biến tính

Thành phần pha của màng MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O /FTO được phân tích bằng phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD) sử dụng thiết bị D8 Advance (Bruker, Đức). Hình thái bề mặt và độ dày màng được phân tích bằng kính hiển vi điện tử quét có độ phân giải cao (FESEM) sử dụng thiết bị SU 8010 (Hitachi, Nhật).

### Phân tích hoạt tính xúc tác màng MoS<sub>2</sub> đối với phản ứng thoát khí hydro

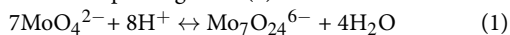
Hoạt tính xúc tác điện hóa cho phản ứng HER của các điện cực MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O /FTO được khảo sát trong các môi trường H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M với thiết bị và cấu trúc tế bào điện hóa tương tự thí nghiệm phủ màng. Trong

đó, điện cực làm việc là để FTO đã được phủ màng MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O với diện tích 1 cm<sup>2</sup>. Phương pháp LSV được thực hiện với tốc độ quét 2 mV s<sup>-1</sup> trong khoảng thế từ 0 V đến -0,6 V so với Ag/AgCl. Thế điện cực làm việc được quy đổi điện cực hydro thuận nghịch (RHE) theo phương trình  $E_{RHE} = E_{Ag/AgCl} + 0,059 \times pH + E^o_{Ag/AgCl}$ , trong đó  $E^o_{Ag/AgCl} = 0,197$  V, dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M có pH 0. Quá thế cho phản ứng HER ( $\eta$ ) được xác định theo phương trình  $\eta = 0 - E_{RHE}$ , trong đó  $E_{RHE}$  là thế của điện cực làm việc quy đổi theo điện cực RHE.

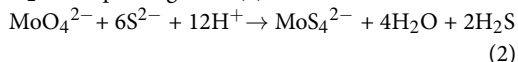
## KẾT QUẢ THẢO LUẬN

### Cơ chế hình thành màng MoS<sub>2</sub> bằng phương pháp điện hóa

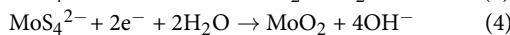
Màng MoS<sub>2</sub> được phủ trên đế FTO bằng phương pháp quét thế vòng tuần hoàn sử dụng dung dịch điện ly chứa hỗn hợp ammonium molybdate và sodium sulfide. Cơ sở lý thuyết quá trình khử ion molybdate trong môi trường tiền chất chứa ion sulfide tạo màng MoS<sub>2</sub> bằng phương pháp điện hóa đã được báo cáo<sup>15,16</sup>. Theo đó, ion molybdate tồn tại hai dạng MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup> và Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub><sup>6-</sup> cân bằng trong dung dịch nước theo phương trình (1).



Màng MoS<sub>2</sub> được tạo thành qua hai bước: ion molybdate phản ứng với ion sulfide trong môi trường acid tạo thành ion thiomolybdate đồng thời giải phóng khí H<sub>2</sub>S theo phương trình (2).



Ion thiomolybdate bị khử theo phương trình (3) tạo sản phẩm màng MoS<sub>2</sub>



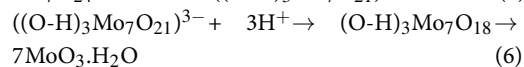
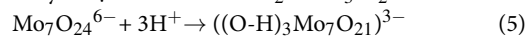
Hình 1 trình bày đường CV tổng hợp màng MoS<sub>2</sub> từ tiền chất muối molybdate và ion sulfide với tỉ lệ Mo:S (1,0 : 3,5) trong vùng thế (-1 V đến 1 V). Đồ thị CV cho thấy, chu kỳ 1 xuất hiện rõ mũi khử có thể khởi phát từ -0,75 V đặc trưng cho quá trình khử ion MoS<sub>4</sub><sup>2-</sup> tạo sản phẩm MoS<sub>2</sub> theo phương trình (3)<sup>15</sup>. Các đỉnh oxy hóa ở thế -0,2 V và 0,5 V đặc trưng cho quá trình oxy hóa của ion Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub><sup>6-</sup> và S<sup>2-</sup>. Ngoài ra, quá trình tạo màng luôn có sự cạnh tranh giữa phản ứng khử của ion molybdate tạo molybdenum oxide (phương trình 4) và phản ứng khử của ion thiomolybdate tạo molybdenum disulfide (phương trình 3)<sup>16</sup>. So sánh với các kết quả báo cáo trước đó, Shariza và cộng sự<sup>17</sup> tạo màng MoS<sub>2</sub> trên ITO bằng phương pháp dòng thời gian (CA) với điện thế tối ưu ở -1 V so với Ag/AgCl và Ponomarev và cộng sự<sup>18</sup> đã tổng hợp MoS<sub>2</sub> trên đế FTO và để Mo với thế áp là -1,3 V (so với Ag/AgCl), có thể thấy quá trình tạo màng

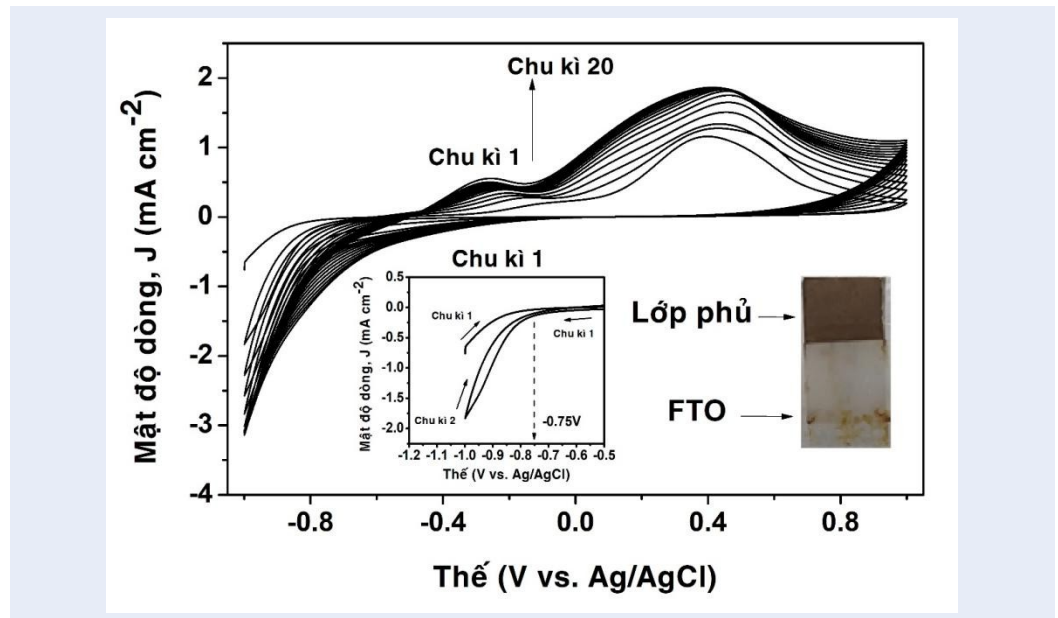
trong nghiên cứu này có thể thực hiện ở thế thấp hơn, từ đó hạn chế được phản ứng khử không mong muốn tạo sản phẩm molybdenum oxide khi thực hiện phản ứng ở quá thế lớn. Ngoài ra, mật độ dòng từ các đường CV tăng lên khi tăng số chu kỳ quét tăng cho thấy màng sản phẩm dày thêm sau mỗi chu kỳ quét thế. Điều này cho phép kiểm soát được độ dày màng thông qua điều chỉnh chu kỳ quét CV. Sau 20 chu kỳ quét thế, bề mặt điện cực FTO xuất hiện màng nâu mịn phủ kín và đồng đều trên bề mặt FTO. Kết quả nhận được phù hợp với kết quả nghiên cứu trước đây của chúng tôi khi tạo màng MoS<sub>2</sub> bằng phương pháp CV từ tiền chất (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O 5 mM, Na<sub>2</sub>S×9H<sub>2</sub>O 30 mM<sup>15</sup>. Tỷ lệ mol (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>:Na<sub>2</sub> (1:6) được chọn dựa trên yêu cầu cân bằng hóa học, tối ưu hình thành pha MoS<sub>2</sub> và hạn chế tạp pha. Theo đó, muối (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub> chứa molybdenum ở trạng thái oxy hóa +6, để hình thành MoS<sub>2</sub>, Mo(VI) phải được khử và sulfur hóa, quá trình này cần lượng ion S<sup>2-</sup> dư đáng kể do một phần S<sup>2-</sup> sẽ bị oxy hóa bởi oxy hòa tan, tạo polysulfide (S<sub>x</sub><sup>2-</sup>), hoặc bị tiêu hao do tạo sản phẩm phụ. Tỷ lệ 1:6 được xem là tối ưu trong nhiều quy trình tổng hợp ướt vì vừa đủ dư S<sup>2-</sup> mà không gây kết tủa phụ hoặc làm dung dịch quá kiềm.

### Thành phần, hình thái và cấu trúc của điện cực sau biến tính

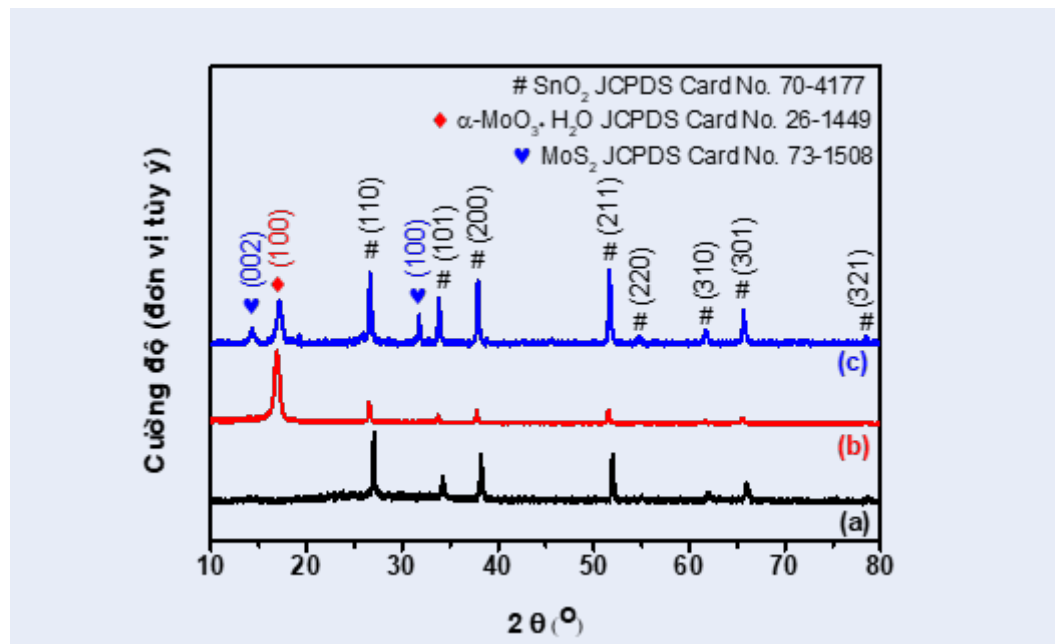
Cấu trúc của màng MoS<sub>2</sub>/FTO trước và sau khi xử lý ở các nhiệt độ khác nhau được phân tích bằng phương pháp XRD. Kết quả nhận được cho thấy, màng MoS<sub>2</sub>/FTO khi chưa xử lý nhiệt chỉ có các đỉnh nhiễu xạ của nền FTO. Điều này có thể giải thích do màng MoS<sub>2</sub> hình thành bằng phương pháp điện hóa ở dạng vô định hình (Hình 2). Để tăng độ kết tinh màng, điện cực sau khi chế tạo được xử lý ở các nhiệt độ 90 và 120 °C trong điều kiện khí quyển nhằm nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ xử lý lên cấu trúc tinh thể của màng.

Kết quả phân tích XRD cho thấy màng xử lý nhiệt ở 90 và 120 °C xuất hiện các đỉnh nhiễu xạ đặc trưng cho mặt mạng (100) của pha a-MoO<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O (JCPDS card # 26-1449). Khi tăng nhiệt độ xử lý lên 120 °C, hai mũi mới đặc trưng cho các mặt mạng (002) và (100) đặc trưng cho cấu trúc 2H của MoS<sub>2</sub> (JCPDS card # 73-1408)<sup>19</sup>. Điều này cho thấy sản phẩm quá trình điện phân có dạng vô định hình và có thể chuyển thành dạng tinh thể khi xử lý nhiệt. Sự hình thành sản phẩm a-MoO<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O có thể giải thích qua các phương trình (5) và (6)<sup>20</sup>. Như vậy, màng sản phẩm sau khi xử lý nhiệt có cấu trúc MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O

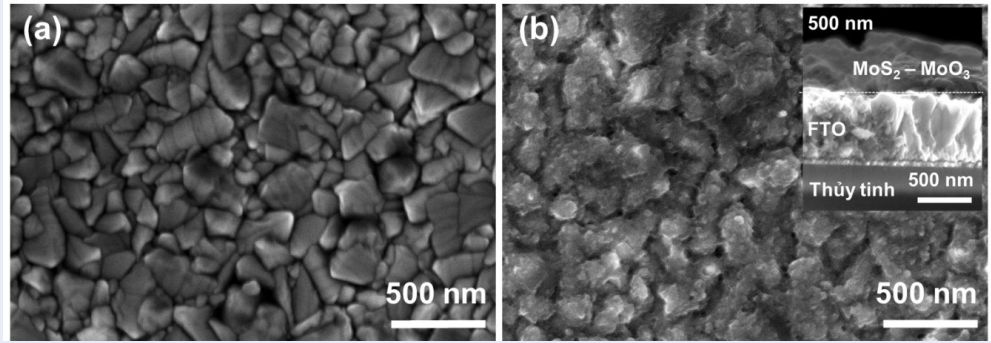




**Hình 1:** Đồ thị CV quá trình tạo màng MoS<sub>2</sub>/FTO sau 20 chu kỳ quét thế, ảnh chèn là hình chụp kỹ thuật số điện cực FTO sau khi phủ màng [Nguồn: Nhóm tác giả].



**Hình 2:** Giản đồ XRD điện cực FTO trước (a) và sau xử lý ở các nhiệt độ 90 °C (b) và 120 °C (c) [Nguồn: Nhóm tác giả].



**Hình 3:** Ảnh FESEM bề mặt điện cực FTO trước (a) và sau khi phủ màng MoS<sub>2</sub> (b), ảnh chèn là mặt cắt ngang của điện cực sau phủ màng [Nguồn: Nhóm tác giả].

Kết quả phân tích bằng phương pháp FESEM cho thấy bề mặt điện cực FTO đặc trưng bởi các tinh thể SnO<sub>2</sub> có kích cỡ khác nhau với hình dạng và biên hạt rõ ràng sắp xếp đặc xít trên bề mặt nền thủy tinh (Hình 3a). Sau khi phủ màng, bề mặt tinh thể SnO<sub>2</sub> được che phủ kín bởi lớp mỏng màng sản phẩm. Đường biên hạt SnO<sub>2</sub> bị che phủ và không còn rõ ràng như quan sát thấy ở điện cực chưa phủ màng. Kết quả phân tích mặt cắt ngang của mẫu cho thấy màng sản phẩm MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub> phủ trên bề mặt tinh thể SnO<sub>2</sub> với độ dày khoảng 500 nm (Hình 3b). Kết quả này phù hợp với kết quả nghiên cứu trước đây đối với màng mỏng MoS<sub>2</sub> chế tạo bằng phương pháp điện hóa<sup>15</sup>.

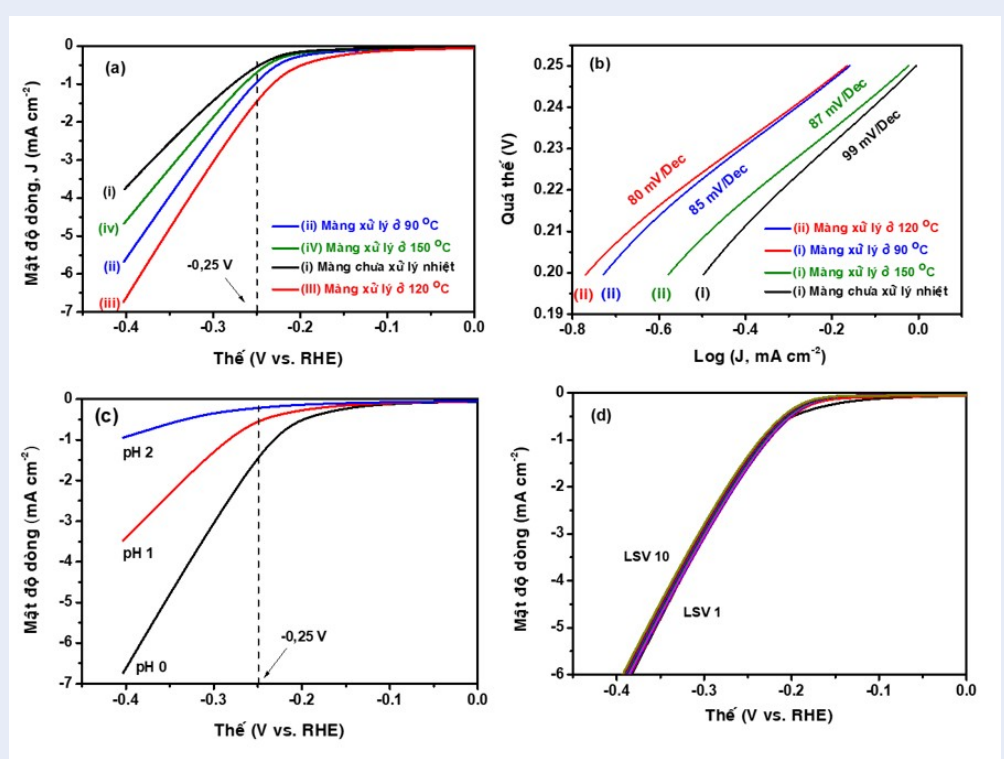
### Hoạt tính xúc tác màng MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub> đối với phản ứng thoát khí hydro

Hoạt tính xúc tác điện hóa của điện cực đối với phản ứng HER được nghiên cứu bằng phương pháp LSV trong môi trường acid H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M trong khoảng thế từ 0 V đến -0,6 V so với Ag/AgCl, với tốc độ quét thế 2 mV s<sup>-1</sup>. Đồ thị LSV và kết quả phân tích các tham số điện hóa đặc trưng cho phản ứng HER được trình bày lần lượt trong Hình 4 và Bảng 1.

Kết quả nhận được cho thấy hoạt tính xúc tác của điện cực đối với phản ứng HER thay đổi đáng kể khi xử lý nhiệt. Độ dốc Tafel là tham số đặc trưng cho tốc độ phản ứng oxy hóa khử điện hóa theo lý thuyết Tafel. Theo đó phản ứng HER với độ dốc Tafel càng thấp đặc trưng cho tốc độ phản ứng càng nhanh. Kết quả phân tích cho thấy độ dốc Tafel giảm từ 99 mV/dec ở màng chưa xử lý xuống 85 mV dec<sup>-1</sup> khi xử lý ở 90 °C, và tiếp tục giảm còn 80 mV/dec tại 120 °C. Tuy nhiên, khi tăng nhiệt độ xử lý lên 150 °C, độ dốc Tafel lại tăng lên 87 mV/dec (Hình 4, Bảng 1). Kết hợp với kết quả phân tích XRD có thể nhận định sự chuyển hóa từ cấu trúc vô định hình sang cấu trúc tinh thể khi xử lý nhiệt làm gia tăng hoạt tính xúc tác

của màng. Tuy nhiên xử lý ở nhiệt độ cao (150 °C) làm giảm hoạt tính xúc tác của màng có thể lý giải do quá trình oxy hóa vật liệu MoS<sub>2</sub> xảy ra mạnh hơn trong môi trường khí quyển oxygen ở nhiệt độ cao<sup>21</sup>. Theo đó, tỉ lệ hàm lượng MoS<sub>2</sub>/MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O có ảnh hưởng đáng kể đến hoạt tính điện hóa của hệ vật liệu lai MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O. Theo đó, MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O có tính dẫn điện ion tốt, nhờ các lớp chứa H<sub>2</sub>O và H<sup>+</sup>, từ đó giúp giảm điện trở chuyển điện tích và tạo nhiều tâm hoạt tính O-Mo-O dễ nhận/nhường điện tử và do đó tăng cường hoạt tính cho phản ứng HER. Tuy nhiên nếu tăng hàm lượng MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O lên quá cao sẽ làm tăng điện trở nội của màng do MoO<sub>3</sub> dẫn điện kém và làm giảm hoạt tính xúc tác của vật liệu do giảm số vị trí S-edge (là tâm xúc tác mạnh cho HER) gắn liền với thành phần MoS<sub>2</sub> của hệ vật liệu<sup>13,14,22</sup>.

So với điện cực chưa xử lý, thế khởi phát giảm từ 0,21 V xuống 0,20 V và mật độ dòng tại quá thế 250 mV tăng mạnh 2,75 lần từ -0,53 lên -1,46 mA cm<sup>-2</sup> khi xử lý màng ở nhiệt độ 120 °C. Điện cực sau xử lý nhiệt cho đáp ứng tốt với pH và có độ ổn định cao khi thử nghiệm trong môi trường H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M và có hoạt tính tốt khi so sánh với các điện cực trên cơ sở vật liệu MoS<sub>2</sub> chế tạo bằng các phương pháp khác (Bảng 1). Theo đó, giá trị mật độ dòng khử tại quá thế 0,25 V tăng dần từ -0,22 đến -0,56 và -1,44 A·cm<sup>-2</sup> khi pH giảm từ 2 xuống 1 và 0 (Hình 4c). Hơn nữa, điện cực chỉ thể hiện sự suy giảm mật độ dòng không đáng kể sau 10 chu kỳ quét liên tục bằng phương pháp LSV (Hình 4d). Điều này cho phép khẳng định quy trình tổng hợp bằng phương pháp điện hóa kết hợp xử lý nhiệt ở 120 °C trong khí quyển oxygen giúp cải thiện đáng kể hoạt tính và độ bền của điện cực cho phản ứng HER. Ưu điểm của phương pháp này là cấu trúc sản phẩm hình thành bằng phương pháp CV bao gồm hai thành phần MoS<sub>2</sub> và MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O có hoạt tính xúc tác tốt<sup>13,14,22</sup>. Ngoài ra, kỹ thuật xử lý ở nhiệt độ thấp



**Hình 4:** So sánh đồ thị LSV của màng sau tổng hợp và sau xử lý nhiệt(a), đồ thị Tafel tương ứng (b), ảnh hưởng của pH (c) và độ bền của điện cực(d). Phép đo thực hiện trong môi trường H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M, tốc độ 2 mV/s [Nguồn: Nhóm tác giả].

**Bảng 1:** So sánh tham số điện hóa điện cực MoS<sub>2</sub>/FTO trước và sau khi xử lý ở nhiệt độ khác nhau, đo trong dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M

Nhiệt độ xử lý (°C)	Eonset (V so với RHE)	J (mA cm <sup>-2</sup> ) E=-0,25 (V)	Độ dốc Tafel (mV dec <sup>-1</sup> )
Không xử lý nhiệt	-0,21	-0,53	99
90	-0,20	-0,93	85
120	-0,20	-1,46	80
150	-0,21	-0,68	87

[Nguồn: Nhóm tác giả].

giúp chuyển hóa pha vô định hình thành pha tinh thể giúp cải thiện hoạt tính xúc tác và độ bền của điện cực trong khi vẫn bảo tồn được cấu trúc và hạn chế quá trình oxy hóa vật liệu. Từ đó, kết quả nghiên cứu mở ra triển vọng ứng dụng vào thực tế nhờ quy trình đơn giản hơn khi so sánh với các phương pháp chế tạo điện cực phức tạp hơn, và các phương pháp xử lý nhiệt trong môi trường khí trơ hoặc khí quyển chứa lưu huỳnh ở nhiệt độ cao trong các công bố trước đó (Bảng 2).

## KẾT LUẬN

Bài báo trình bày sự phát triển quy trình phủ điện hóa bằng phương pháp CV để tạo màng lai molybdenum disulfide – molybdenum trioxide hydrat (MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O) trên đế FTO theo một bước tổng hợp đơn giản và chi phí thấp. Màng thu được ban đầu có cấu trúc vô định hình và có thể chuyển hóa thành cấu trúc tinh thể khi xử lý ở 120 °C, mức nhiệt thấp hơn đáng kể so với các phương pháp thông thường. Lớp màng có độ dày khoảng 500 nm và bám dính tốt trên nền FTO. Điện cực MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O /FTO sau xử lý nhiệt thể hiện hoạt tính xúc tác HER cao và ổn

**Bảng 2:** So sánh giá trị độ dốc Tafel của điện cực MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub> trong nghiên cứu này với các vật liệu MoS<sub>2</sub> được báo cáo trong tài liệu

Vật liệu	Phương pháp chế tạo	Điện cực nền	Độ dốc Tafel (mV/dec)	Tài liệu tham khảo
MoS <sub>2</sub> 90 nm	Thương mại (Merck)	Carbon thủy tinh	151	23
1T MoS <sub>2</sub>	Cấy cation điện hóa MoS <sub>2</sub> (90 nm, Merck)	Vải carbon	80,78	24
MoS <sub>2</sub>	Nhiệt dung môi	Graphit	72,26	25
2D MoS <sub>2</sub>	Thủy nhiệt	Graphit	84	26
MoS <sub>2</sub> -MoO <sub>3</sub>	Điện hóa, xử lý nhiệt	FTO	80	Nghiên cứu này

[Nguồn: Nhóm tác giả].

định trong dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M, với thế khởi phát -0,20 V so với RHE, độ dốc Tafel 80 mV/dec và mật độ dòng -1,46 mA tại quá thế 250 mV. Những kết quả này xác định hệ vật liệu MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub>/FTO là xúc tác tiềm năng, dễ chế tạo và phù hợp cho các ứng dụng sản xuất hydrogen xanh.

### DANH MỤC TỪ VIẾT TẮT

CV: Quét thế vòng tuần hoàn

FESEM: Kính hiển vi điện tử quét độ phân giải cao

HER: Phản ứng sinh khí hydro

FTO: Thủy tinh dẫn (màng mỏng SnO<sub>2</sub> pha tạp F trên đế thủy tinh)

OER: Phản ứng sinh khí oxy

RHE: Điện cực hydro thuận nghịch

### XUNG ĐỘT LỢI ÍCH

Nhóm tác giả cam kết không có xung đột lợi ích.

### ĐÓNG GÓP CỦA TÁC GIẢ

Hoàng Minh Nhật, Nguyễn Thị Kim Ngân cùng thực hiện các thí nghiệm chế tạo, phân tích kết quả. Lê Viết Hải và Nguyễn Thái Hoàng định hướng nghiên cứu và thảo luận chuyên môn trong quá trình nghiên cứu, viết bản thảo và hoàn thiện bài báo.

### CÁM ƠN

Nghiên cứu này được tài trợ bởi Quỹ Phát triển khoa học và công nghệ Quốc gia (NAFOSTED) trong đề tài mã số 104.06-2019.41.

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Kumar SS, Lim H. An overview of water electrolysis technologies for green hydrogen production. *Energy Reports*. 2022;8:13793–13813.
- Brauns J, Turek T. Alkaline water electrolysis Powered by Renewable Energy: a review. *Processes*. 2020;8(2):248.
- Brito J, Restivo J, Sousa JPS. Implementation of transition metal phosphides as Pt-Free catalysts for PEM water electrolysis. *Energies*. 2022;15(5):1821.
- Atchudan R, Perumal S, Edison TNJI. Facile synthesis of novel molybdenum disulfide decorated banana peel porous carbon electrode for hydrogen evolution reaction. *Chemosphere*. 2022;307:135712.
- Du X, Xu Y, Shan A, Wang R. Recent progress in the synthesis and engineering of High-Performance MoS<sub>2</sub> electrocatalysts for the hydrogen evolution reaction. *Catalysts*. 2025;15(7):626.
- Laursen AB, Kegnæs S, Dahl S, Chorkendorff I. Molybdenum sulfides—efficient and viable materials for electro- and photoelectrocatalytic hydrogen evolution. *Energy & Environmental Science*. 2012;5(2):5577.
- Gupta U, Rao CNR. Hydrogen generation by water splitting using MoS<sub>2</sub> and other transition metal dichalcogenides. *Nano Energy*. 2017;41:49–65.
- Luxa J, Spejchalová L, Jakubec I, Sofer Z. MoS<sub>2</sub> stacking matters: 3R polytype significantly outperforms 2H MoS<sub>2</sub> for the hydrogen evolution reaction. *Nanoscale*. 2021;13(46):19391–19398.
- Tributsch H, Bennett JC. Electrochemistry and photochemistry of MoS<sub>2</sub> layer crystals. I. *Journal of Electroanalytical Chemistry*. 1977;81(1):97–111.
- Wang J, Wang N, Guo Y. Metallic-Phase MoS<sub>2</sub> Nanopetals with Enhanced Electrocatalytic Activity for Hydrogen Evolution. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. 2018;6(10):13435–13442.
- Levinas R, Tsyntsaru N, Cesiulis H. Insights into electrodeposition and catalytic activity of MoS<sub>2</sub> for hydrogen evolution reaction electrocatalysis. *Electrochimica Acta*. 2019;317:427–436.
- He L, Hu M, Qian Y. MoS<sub>2</sub> nanosheets decorated MoO<sub>2</sub> on carbon electrode with electron-abundant reinforcement effect for boosting electrocatalytic hydrogen production. *Journal of Electroanalytical Chemistry* March. 2025;p. 119099.
- Vibavakumar S, Nisha KD, Harish S, Archana J, Navaneethan M. Synergistic effect of MoO<sub>3</sub>/MoS<sub>2</sub> in improving the electrocatalytic performance of counter electrode for enhanced efficiency in dye-sensitized solar cells. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 2023;161:107431.
- Mallick S, Jena M, Das B. Tuning and understanding of layered 2D MoS<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub> interface for enhanced photocatalytic activities. *Advanced Functional Materials*. 2025;.
- Mai LTT, Le HV, Nguyen NKT, et al. Influence of thickness and morphology of MoS<sub>2</sub> on the performance of counter electrodes in dye-sensitized solar cells. *Beilstein Journal of Nanotechnology*. 2022;13:528–537.
- Lamouchi A, Assaker IB, Chtourou R. Effect of annealing temperature on the structural, optical, and electrical properties of MoS<sub>2</sub> electrodeposited onto stainless steel mesh. *Journal of Materials Science*. 2017;52(8):4635–4646.

17. Albu-Yaron A, Lévy-Clément C, Katty A, Bastide S, Tenne R. Influence of the electrochemical deposition parameters on the microstructure of MoS<sub>2</sub> thin films. *Thin Solid Films*. 2000;(361-362):223–228.
18. Ponomarev EA, Neumann-Spallart M, Hodes G, Lévy-Clément C. Electrochemical deposition of MoS<sub>2</sub> thin films by reduction of tetrathiomolybdate. *Thin Solid Films*. 1996;280(1-2):86–89.
19. Li Y, Wang H, Xie L, Liang Y, Hong G, Dai H. MoS<sub>2</sub> nanoparticles grown on graphene: an advanced catalyst for the hydrogen evolution reaction. *Journal of the American Chemical Society*. 2011;133(19):7296–7299.
20. Chiang TH, Yeh HC. The synthesis of A-MoO<sub>3</sub> by ethylene glycol. *Materials*. 2013;6(10):4609–4625.
21. Qiu J, Liu Y, Cao M, et al. Synthesis of MoS<sub>2</sub>/MoO<sub>3</sub> nanoheterojunction towards enhanced photocatalytic activity under LED light irradiation via in situ oxidation sintering. *RSC Advances*. 2024;14(47):34606–34610.
22. Duraisamy S, Ganguly A, Sharma PK, Benson J, Davis J, Papakonstantinou P. One-Step hydrothermal synthesis of Phase-Engineered MoS<sub>2</sub>/MoO<sub>3</sub> electrocatalysts for hydrogen evolution reaction. *ACS Applied Nano Materials*. 2021;4(3):2642–2656.
23. Ghanashyam G, Jeong HK. Size effects of MoS<sub>2</sub> on hydrogen and oxygen evolution reaction. *Journal of Electrochemical Science and Technology*. 2021;13(1):120–127.
24. Kim MK, Lamichhane B, Song B, et al. Enhancing electrocatalytic hydrogen evolution of MoS<sub>2</sub> enabled by electrochemical cation implantation for simultaneous surface-defect and phase engineering. *Applied Catalysis B Environment and Energy*. 2024;352:124037.
25. Bolar S, Shit S, Murmu NC, Samanta P, Kuila T. Activation Strategy of MoS<sub>2</sub> as HER Electrocatalyst through Doping-Induced Lattice Strain, Band Gap Engineering, and Active Crystal Plane Design. *ACS Applied Materials & Interfaces*. 2021;13(1):765–780.
26. Chen B, Hu P, Yang F. In situ porousized MoS<sub>2</sub> nano islands enhance HER/OER bifunctional electrocatalysis. *Small*. 2023;19(14).

# Fabrication of $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ thin film on fto substrate by electrodeposition method combining with heat treatment as electrode for hydrogen evolution reaction (HER)

Hoang Minh Nhat<sup>1,2</sup>, Nguyen Thi Kim Ngan<sup>1,2</sup>, Nguyen Thai Hoang<sup>1,2</sup>, Le Viet Hai<sup>1,2,\*</sup>



Use your smartphone to scan this QR code and download this article

<sup>1</sup>Vietnam National University Ho Chi Minh City, Vietnam

<sup>2</sup>University of Science, Ho Chi Minh City, Vietnam

## Correspondence

**Le Viet Hai**, Vietnam National University Ho Chi Minh City, Vietnam

University of Science, Ho Chi Minh City, Vietnam

Email: lvhai@hcmus.edu.vn

## History

- Received: 10-10-2025
- Revised: 30-11-2025
- Accepted: 25-06-2026
- Published Online: 28-06-2026

**DOI** : <https://doi.org/10.32508/vnuhcmj-arns.v10i2.1485>



## Copyright

© VNUHCM Journal. This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 International license.

## ABSTRACT

Green hydrogen production via water-splitting technology holds promise for the future of a hydrogen-based economy and addresses climate change caused using fossil fuels. Current research focuses on developing new catalytic materials from abundant natural resources and cost-effective sources to replace noble metal-based catalysts. Among them,  $\text{MoS}_2$  is a potential catalyst for water splitting, which can be synthesized from molybdenum, a transition metal with high natural abundance. This paper presents the development of an electrochemical deposition process using the cyclic voltammetry (CV) method to fabricate molybdenum disulfide–molybdenum trioxide ( $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) hybrid films on FTO substrates in a simple and low-cost single step. The initially amorphous films could crystallize at a relatively low temperature ( $120^\circ\text{C}$ ), unlike conventional methods that required higher temperatures. Accordingly, a thin  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$  film (500 nm) was electrochemically deposited on conductive glass FTO substrates (denoted  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}/\text{FTO}$ ) from an electrolyte solution containing 5 mM  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}30$  g/L  $\text{Na}_2\text{S}$  and 0.1 M KCl using the CV method. The electrocatalytic activity of the  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}/\text{FTO}$  electrode for the hydrogen evolution reaction (HER) was evaluated in 0.5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  using linear sweep voltammetry (LSV). The films formed by CV exhibited a brown color and an amorphous structure. After the thermal treatment at  $120^\circ\text{C}$ , the amorphous structure transformed into a crystalline structure, comprising  $\text{MoS}_2$  and  $\text{MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$  phases. LSV results showed that the electrocatalytic activity of the electrode significantly improved after heat treatment at  $120^\circ\text{C}$ , with a Tafel slope of 80 mV/dec and a 2.75-fold increase in current density compared to the untreated electrode. The fabricated  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}/\text{FTO}$  electrode exhibited high catalytic activity and stability in 0.5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . These results demonstrated that  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}/\text{FTO}$  was a promising, easily fabricated catalytic system suitable for green hydrogen applications.

**Key words:**  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ , electrodeposition, heat treatment, hydrogen evolution reaction (HER), thin-film electrode, water splitting

**Cite this article :** Minh Nhat H, Kim Ngan N T, Thai Hoang N, Viet Hai L. **Fabrication of  $\text{MoS}_2\text{-MoO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$  thin film on fto substrate by electrodeposition method combining with heat treatment as electrode for hydrogen evolution reaction (HER).** VNUHCM J. Adv. Res. Nat. Sci. 2026; 10(2):3645-3653.