

## 研究論文

## ラマン分光法による電解硫酸中の酸化剤濃度測定

†新藤恵美\*\*\*, 永井達夫\*\*\*, 大津英彦\*\*\*\*, 坂本幸弘\*\*\*\*\*

## Evaluation of Concentration of Oxidizers in Electrolyzed Sulfuric Acid using Raman Spectroscopy

by

†Emi SHINDOU\*\*\*, Tatsuo NAGAI\*\*\*, Hidehiko OHTSU\*\*\*\*, Yukihiro SAKAMOTO\*\*\*\*\*

(Received Apr. 28, 2023; Accepted Sep. 12, 2023)

## Abstract

For the industrial applications of electrolyzed sulfuric acid (ESA), it is necessary to know the concentrations of the three oxidizers; peroxydisulfuric acid ( $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ), peroxymonosulfuric acid ( $\text{H}_2\text{SO}_5$ ), and hydrogen peroxide ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), contained in the ESA solution. In this report, it was investigated that Raman spectroscopy was an effective method for simultaneous and rapid measurement of oxidizer concentrations in ESA solution.

As the results, the calibration curves on the three oxidizers were obtained about the solutions controlled by chemicals in the oxidizer concentration range of 9.7g/L to 18.9g/L, and the concentrations of the three oxidizers present in ESA solutions could be determined simultaneously and respectively by using the calibration curves. Moreover, in the range, peroxymonosulfuric acid could not be detected, it was possible to calculate the concentrations of the three oxidizers by concurrent using Raman spectroscopy and KI titration.

**Keywords:** Electrolyzed sulfuric acid, Oxidizer, Quantitative analysis, Raman spectroscopy

令和 5 年 4 月 28 日 受付

\* 千葉工業大学大学院工学研究科：習志野市津田沼 2-17-1  
Graduate School of Engineering, Chiba Institute of  
Technology : 2-17-1 Tsudanuma, Narashino-shi, Chiba 275-  
0016, Japan

\*\* 東京都市大学ナノ科学技術学際研究センター：世田谷区  
玉堤 1-28-1  
Interdisciplinary Research Center for Nano Science and  
Technology for Instrumental Analysis, Tokyo City University :  
1-28-1 Tamazutsumi, Setagaya-ku, Tokyo 158-8557, Japan

\*\*\* ミクロエース(株) 宮崎市花ヶ島町京出 1411-1  
Micro Ace Co. : 1411-1 Kyoide, Hanagashima-cho, Miyazaki-  
shi, Miyazaki 880-0036, Japan

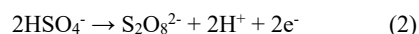
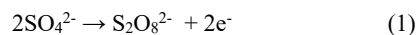
\*\*\*\* 千葉工業大学：習志野市津田沼 2-17-1  
Chiba Institute of Technology : 2-17-1 Tsudanuma, Narashino-  
shi, Chiba 275-0016, Japan

\*\*\*\*\* 千葉工業大学工学部：習志野市津田沼 2-17-1  
Faculty of Engineering, Chiba Institute of Technology : 2-17-1  
Tsudanuma, Narashino-shi, Chiba 275-0016, Japan

†：連絡先/Corresponding author

## 1. 緒言

電解硫酸は、硫酸を電気分解した硫酸水溶液である。硫酸を電気分解すると硫酸イオンや硫酸水素イオンが式(1)、(2)に示すように電子を放出し  $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$  になる。式(3)に示すように酸化剤のペルオキシ二硫酸（以下  $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$  と称す）は、ペルオキシ一硫酸（以下  $\text{H}_2\text{SO}_5$  と称す）に分解し、式(4)に示すように  $\text{H}_2\text{SO}_5$  も過酸化水素（以下  $\text{H}_2\text{O}_2$  と称す）へと分解する。



これらの酸化剤の酸化還元電位は、 $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$  が 2.01eV、 $\text{H}_2\text{SO}_5$  が 1.81eV、 $\text{H}_2\text{O}_2$  が 1.77eV<sup>1)</sup>とすべて高く、電解硫酸は強い酸化力を有している。

この強力な酸化力を利用して、半導体工程においてフォト