(11) **EP 1 312 700 A2** 

(12)

# **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:

21.05.2003 Patentblatt 2003/21

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: **C25B 13/04**, C25B 3/12

(21) Anmeldenummer: 02022077.8

(22) Anmeldetag: 02.10.2002

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
IE IT LI LU MC NL PT SE SK TR

Benannte Erstreckungsstaaten: AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 02.11.2001 DE 10154082

(71) Anmelder: **Degussa AG** 40474 Düsseldorf (DE)

(72) Erfinder: Horn, Michael, Dr. 53859 Niederkassel (DE)

# (54) Verfahren zur Herstellung von Alkalialkoholaten

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur elektrochemischen Herstellung von Alkalialkoholaten sowie eine für diesen Zweck einzusetzende Elektrolysezelle. Insbesondere richten sich die Erfindungen auf eine Herstellungsweise, bei der anodenseits wäßrige

Salzlösungen eingesetzt werden können.

Diese Maßnahme wird durch die Trennung von Anode- und Kathodenraum durch einen anolyt- bzw. katolytstabilen Festelektrolyten erreicht.

#### Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur elektrochemischen Herstellung von Alkalialkoholaten sowie eine für diesen Zweck einzusetzende Elektrolysezelle. Insbesondere richten sich die Erfindungen auf eine solche Herstellungsweise, bei der anodenseits wäßrige Salzlösungen eingesetzt werden können.

**[0002]** Alkalialkoholate (Na/KOMe/OEt etc.) zählen zu den Standardprodukten der chemischen Industrie, wobei insbesondere solche, deren Alkoholkomponente bis zu 4 Kohlenstoffatome enthält, wertvolle Chemikalien in der organischen Synthese darstellen.

[0003] Zur Synthese von Alkalialkoholaten sind mehrere Methoden bekannt (F.A. Dickes, Ber. Dtsch. Chem. Ges. 1930, 63, 2753). Eine spezielle Methode zur Herstellung der Alkoholate beschäftigt sich mit der Entwässerung von Lösungen, welche den Alkohol und das entsprechende Alkalihydroxid in äquivalenten Mengen aufweisen. Dabei kann die Gleichgewichtsverschiebung hin zum gewünschten Produkt durch destillative Maßnahmen oder unter Zuhilfenahme von semipermeablen Membranen erfolgen (EP0299577).

[0004] Auf direktem Weg kommt man zum Alkoholat, wenn man ein Alkalimetall in dem entsprechenden Alkohol auflöst. Natrium und Kalium reagieren dabei so stürmisch mit niedrigeren Alkoholen, daß eine Anwendung im technischen Maßstab zu risikoreich wäre. Höhere oder verzweigtkettige Alkohole reagieren dagegen mitunter zu langsam. Eine Lösung dieses Problems schlägt z.B. die DE19802013 vor. Aus der Chloralkalielektrolyse stammendes Amalgam wird unter katalytischer Wirkung von Übergangsmetallnitriden und - carbiden mit Alkoholen umgesetzt. Dieses Verfahren birgt den Nachteil, daß die Alkohole mehr oder minder nur mit Quecksilber verunreinigt gewonnen werden können. Zur Entquickung sind weitere Verfahrensschritte notwendig (DE19704889).

[0005] Die DE3346131 schlägt darüber hinaus ein elektrochemisches Verfahren vor, bei dem unter Verwendung einer Kationenaustauschermembran als Separatorenmaterial anodenseits Akalimetallionen aus alkoholischen Salzlösungen produziert werden, die über die Membran in den Kathodenraum wandern, in welchem unter Wasserstoffentwicklung Alkohole in deren Anionen umgewandelt werden.

**[0006]** Die US5,425,856 offenbart ein kontinuierliches elektrochemisches Verfahren zur Herstellung von Alkalialkoholaten ausgehend von alkoholischen Salzlösungen. Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß im Anodenraum verfahrensbedingt chlorierte Alkoholverbindungen als Nebenprodukte entstehen, deren mitunter pathogener Charakter hinlänglich bekannt ist.

**[0007]** Auch die DE19603181 schlägt ein elektrochemisches Verfahren zur Herstellung von Alkalialkoholaten vor. Hier sind Anoden- und Kathodenraum durch einen ionenleitenden Festelektrolyten vollständig ge-

trennt, um eine nachteilige Vermischung der Anolyt- und Katolytlösungen zu unterbinden.

[0008] Den eben genannten elektrochemischen Verfahren ist gemein, daß sie zur Gänze in alkoholischer Lösung arbeiten. Die Leitfähigkeit solcher Systeme ist beschränkt, weshalb ein geringer Elektrodenabstand oder der Zusatz eines Leitsalzes zu der Lösung Bedingung ist, um den Umsatz auf ein erträgliches Niveau zu heben.

[0009] In der PCT/EP00/08278 wird ein Verfahren zur Herstellung von Alkalimetallen vorgestellt. Dabei setzt man im Anodenraum eine wäßrige Lösung eines Alkalimetallsalzes ein und trennt dieses Kompartiment heliumdicht von dem z.B. eine Stahlkathode aufweisenden Kathodenkompartiment ab. Als kathodenseitiger Flüssigelektrolyt wird eine Salzschmelze vorgeschlagen. Es ist klar, daß bei diesem Verfahren eine Vermischung von Anolyt und Katolyt unter allen Umständen vermieden werden muß. Als Separator wird daher ein Festelektrolyt vorgeschlagen, der lediglich die betrachteten Kationen leitet und insbesondere die Diffusion von Wasser in den Kathodenraum gänzlich unterbindet. Als gegen wäßrige Systeme beständige Separatoren werden ausschließlich beschichtete ionenleitende Festelektrolyte vorgeschlagen.

[0010] Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, ein weiteres elektrochemisches Verfahren zur Herstellung von Alkalialkoholaten aufzuzeigen, welches die Nachteile des Standes der Technik überwinden hilft. Insbesondere sollte dieses Verfahren aus ökonomischer wie ökologischer Sicht im technischen Maßstab sehr gut anwendbar sein. D.h., daß das erfindungsgemäße Verfahren unter Vermeidung der Emission pathogener Stoffe eine kosteneffiziente Darstellung der gewünschten Produkte gewährleisten sollte.

[0011] Diese und weitere hier nicht genannte sich jedoch aus dem Stand der Technik in naheliegender Weise ableitende Aufgaben werden durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 gelöst. Anspruch 2 bis 10 schützen bevorzugte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Verfahrens. Ansprüche 11 bis 17 sind auf eine erfindungsgemäße Elektrolysezelle gerichtet. Anspruch 18 richtet sich auf eine bevorzugte Verwendung der Elektrolysezelle.

[0012] Dadurch, daß bei einem Verfahren zur elektrochemischen Herstellung von Alkalialkoholaten ausgehend von einem salzhaltigen wäßrigen Anolyt und einem alkoholischen Katolyt, das Kathoden- und Anodenkompartiment durch einen nur ionenleitenden anolytund katolytstabilen Festelektrolyt getrennt sind, gelangt man in äußerst überraschender dafür aber nicht minder vorteilhaften Art und Weise zu einem großtechnisch anwendbaren kosteneffizient arbeitenden Herstellverfahren. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es gelungen, aus günstig zu beziehenden wäßrigen Salzlösungen und einfachen Alkoholen unter Einsatz des elektrischen Stromes wasserempfindliche Alkalialkoholate herzustellen, ohne die Gefahr einer Verunreinigung

der Produkte mit Quecksilber einzugehen. Andererseits kann aufgrund der den elektrischen Strom gut leitenden wäßrigen Anolytlösung die eingesetzte Spannung relativ zu den Verfahren des Standes der Technik niedriger gehalten werden, was eine kostengünstigere Herstellung der Alkalialkoholate erlaubt. Zur weiteren Steigerung der Leitfähigkeit der Zelle kann aber auch dem Katolyt ein Leitsalz, wie z.B. das herzustellende Alkalialkoholat, in Größenordnungen von < 5 Gew.-%, vorzugsweise < 4 Gew.-%, mehr bevorzugt < 3 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt < 2 Gew.-% zugesetzt werden.

[0013] Prinzipiell können alle dem Fachmann für den genannten Zweck in Frage kommenden ionenleitenden Festelektrolyte verwendet werden, sofern sie den oben angegebenen Voraussetzungen gerecht werden. Geeignete Festelektrolyten sollten darüber hinaus eine möglichst selektive Leitfähigkeit für das spezifische Alkaliion bei einem möglichst geringen spezifischen Widerstand besitzen. Derartige Festelektrolyte sind u.a. in der GB 1155927 erwähnt, deren Offenbarung diesbezüglich hier mitumfaßt ist. Vorzugsweise wird ein Festelektrolyt vom β-Aluminiumoxid-Typ verwendet. Der Festlektrolyt hat dabei die ungefähre Zusammensetzung Alk<sub>2</sub>O<sub>11</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, wobei Alk vorzugsweise für Natrium, Kalium oder Lithium steht, je nachdem, welches Alkalialkoholat gerade hergestellt werden soll. Der Festelektrolyt kann optional auch mit den in der PCT/ EP00/08278 beschriebenen ionenleitenden Beschichtungen ausgestattet sein. Die Offenbarung der PCT/ EP00/08278 gilt diesbezüglich hier als mitumfaßt.

[0014] Bevorzugt ist eine erfindungsgemäße Variante, bei der der Festelektrolyt einseitig oder beidseitig mit einer oder mehreren ionendurchlässigen elektrisch leitenden Schichten beschichtet ist. Vorzugsweise wird die ionendurchlässige elektrisch leitende Schicht auf den Festelektrolyten aufgedampft oder als Immersionsschicht auf seine Oberfläche aufgebrannt. Herstellverfahren für derartig beschichtete Festelektrolyten können prinzipiell der Literatur entnommen werden (Edelmetall-Taschenbuch, Hrsg. Degussa Ag, 2. Aufl. Hüthig-Verlag Heidelberg; Thick film technology: a user's guide. London, Andy. Cermalloy Div., Heraeus Inc., West Conshohocken, PA,USA. Editor(s): Kordsmeier, N. H., Jr.; Harper, Charles A.; Lee, Stuart M.; Electron. Mater. Processes, Int. SAMPE Electron. Conf., 1st (1987), Materials science of thick film technology.; Vest, R. W. Purdue Univ., West Lafayette, IN, USA.; Am. Ceram. Soc. Bull. (1986), 65(4), 631-6.). Durch das Aufbrennen der Primerschicht bei mitunter >1200°C läßt sich die Stabilität des Festelektrolyten gegenüber den Anolyt- bzw. Katolytlösungen weiter erhöhen. Wiederum bevorzugt ist dabei die Ausführungsform, bei der die kathodenund anodenseitige mit einer elektrisch leitfähigen porösen Schicht überzogene Oberfläche des Festelektrolyten mit dem stromab- bzw. zuführenden Mitteln in Kontakt steht. Diese beschriebene Ausführungsform hat den Vorteil, daß sich nur der Festelektrolyt zwischen der primären Anode und Kathode befindet, wodurch sich der Durchtrittswiderstand, der sich als Spannungsabfall der Zelle charakterisieren läßt, wesentlich minimieren läßt

**[0015]** Der Festelektrolyt kann alle dem Fachmann geläufigen Formen, wie Hülsen, Scheiben oder Röhren annehmen. Vorzugsweise wird jedoch aufgrund der beiden freizugänglichen Oberflächen ein Festelektrolyt in Form einer planparallelen Platte, vorzugsweise eine Scheibe, eingesetzt.

[0016] Eine weitere vorteilhaft einzusetzende Verfahrensausgestaltung besteht in der Tatsache, daß das Anoden- und/oder Kathodenkompartiment mit elektrisch leitfähigen Pulvern aufgefüllt ist, um die Potentialverteilung im Katolyten und Anolyten zu verbessern. Neben den elektrischen Eigenschaften ist hier auch die katalytische Wirksamkeit auf die Bildung von Alkoholationen und die Verbesserung der Oxidationsreaktion zu betrachten. Mit dieser Maßnahme wird die Elektrodenoberfläche vergrößert, wodurch Überspannungsphänomene insbesondere durch Diffusionsprobleme so weit wie möglich verringert werden. Als elektrisch leitfähige Pulver kommen vorzugsweise alle solche in Frage, die einerseits für die Amalgamzersetzung in Alkoholen (DE19802013)und andererseits für die Anodenbeschichtung in Elektrolysen (V. de Nora, J.-W.Kühn von Burgsdorff, Chem. Ing. Tech. 47 (1975) 125 - 128, Electrochemical Engineering: Science and Technology in Chemical and Other Industries; Wendt, H.; Kreysa, G. (1999), 277, pp.265ff; Electrode materials for electrosynthesis. Couper, A. Mottram; Pletcher, Derek; Walsh, Frank C., Chem. Rev.(1990),90(5),837-65) eingesetzt werden.

[0017] Insbesondere sind dies im Katolytraum Metallpulver jeglicher Art, sofern sie unter den gegebenen
Umständen hinreichend stabil sind und nicht zu einer
Verunreinigung der Alkalialkoholate bei Ausführung des
Verfahrens führen. Als bevorzugt einzusetzende Pulver
sind Nickel-, Wolfram, Titan-, Kupfer- oder Stahlpulver
zu nennen. Besonders bevorzugt ist der Einsatz von Hastelloy-Pulvern. Ein weiteres gut einsetzbares Pulver ist
Graphit. Dieses kann alleine oder in Kombination mit
den eben beschriebenen Metallpulvern oder modifiziert
in Anlehnung an DE19802013 eingesetzt werden.

[0018] Im Anolytraum werden Graphitpulver, Titan und Materialien eingesetzt, die für dimensionsstabile Anoden Anwendung finden (Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A6, 450 - 454, VCH Weinheim, 1986, D.L. Caldwell in Comprehensive Treatise of Electrochemistry Vol2, Plenum 1981 ed. Bockris, J O'M, pp. 122-126, und Comninellis, C.; Vercesi, G. P. J. Appl. Electrochem. (1991), 21(4), 335-45, Hinden, Jean Marcel; Beer, Henri Bernard. Dimensionally stable coated electrode for electrolytic process, comprising a protective oxide interface on valve metal base. Eur.Pat.Appl. (1982)). Vorzugsweise wird Graphit verwendet.

[0019] Als Katolyt wird bei der Elektrolyse jeweils der Alkohol eingesetzt, der das Alkalialkoholat bilden soll.

Als Anolyt hat man bezüglich der einzusetzenden Salzlösungen größere Freiheiten. Vorzugsweise wird man solche Salze zur Elektrolyse heranziehen, die kostengünstig bezogen werden können. Die Konzentration der Salzlösung sollte möglichst hoch sein. Bevorzugt werden deshalb gesättigte Lösungen von Carbonaten, Chloriden, Sulfaten, Sulfiten, Hydroxiden etc. eingesetzt. Ganz besonders bevorzugt ist der Einsatz von Carbonaten, Sulfaten und Chloriden. Die salzhaltige Anolytlösung sollte je nach Einsatz des Festelektrolyten einen solchen pH-Wert aufweisen, bei dem dieser seine maximale Stabilität besitzt. Da es sich bei den Festelektrolyten vorzugsweise um Oxide des Aluminiums handelt, welche im basischen pH-Bereich eine höhere chemische Stabilität aufweisen, ist der Anolyt ganz besonders bevorzugt auf pH-Werte > 7, äußerst bevorzugt >8

[0020] Die Stromcharakteristik und damit der Umsatz, der mit einem solchen Verfahren zu erzielen ist, ist sehr stark temperaturabhängig. Je höher die Temperatur bei der Elektrolyse, desto höher ist auch der Stromfluß bei gegebener Spannung. Die Temperatur sollte daher aus Effizienzgründen möglichst hoch gehalten werden. Aus verfahrenstechnischer Sicht sollte ein Sieden der Anolyt- bzw. Katolytlösungen jedoch vermieden werden. Trotzdem kann man oberhalb des Siedepunktes der jeweils eingesetzten Lösungen arbeiten, sofern man diese unter Druck setzt. Hierbei setzt jedoch die Druckbeständigkeit des jeweils eingesetzten Festelektrolyten der Höhe des Druckes eine natürliche Grenze. Vorzugsweise wird die Temperatur des Anolyten bei der Elektrolyse in einem Intervall von >-10°C, vorzugsweise >-5°C, bis <+0°C, vorzugsweise <-1°C, berechnet vom Siedepunkt des Anolyten eingestellt. Ebenso wird die Temperatur des Katolyten bei der Elektrolyse insbesondere bei einer kontinuierlichen Zuführung in einem Intervall von >-45°C, vorzugsweise >-20°C, bis <-5°C, vorzugsweise <-10°C, berechnet vom Siedepunkt des Katolyten eingestellt. Bei einem Batchverfahren (keine Umwälzung von Anolyt und Katolyt) liegt die Temperatur des Katolyten etwa 1 - 2 Grad höher als im Anolyten. [0021] Insbesondere durch die Anordnung einer

Scheibe als Festelektrolyt mit zwei Elektrolyträumen, die wiederum über einen Zu- und Ablauf verfügen, ist es möglich, daß Verfahren kontinuierlich zu gestalten. Eine Scheibe mit 70 mm Durchmesser wird zwischen zwei Halbschalen über ein entsprechendes Dichtungssystem fixiert. Das Dichtungssystem schließt beide Hohlräume (Anolyt- und Katolytraum) luftdicht ab und verhindert somit einen Übergang der Elektrolytlösungen ineinander. Die Elektrolyträume (ca. 25 ml) können über Schlauchpumpen definiert mit Elektrolyt durchströmt werden. Der Volumenstrom wird vorteilhaft für die wäßrige Anolytsole in einem Bereich von 0,1 l/h bis 10 I/h gewählt, vorzugsweise 1 I/h bis 2 I/h. Um eine gezielte Temperatureinstellung vorzunehmen, kann der Anolyt über einen Thermostaten erwärmt werden. Ist der Anolytraum mit Pulver gefüllt, sollte der Ausgangsleitung ein Separatorsystem (Filter) vorgeschaltet werden. Die Katolytlösung wird bei dieser vorgehensweise ebenfalls durch den Katolytraum gepumpt und optional mittels Filtereinsatz vor Verlassen des Katolytraumes von mitgezogenem Pulver getrennt.

Durch die beschirebene Anordnung ist es möglich, den Anolyt wesentlich über der Siedetemperatur des Katolytalkoholsystems zu erwärmen. Um ein Sieden des Alkoholsystems zu verhindern, sollte auf eine kontinuierliche Erwärmung des Katolyten verzichtet werden, eventuell kann eine Kühlung vorgesehen werden. Lediglich zu Beginn des Versuches sollte der Katolyt in den oben angegebenen Temperaturbereich gefahren werden, um schnell die gewünschte Reaktionsgeschwindigkeit zu erhalten. Vorteilhafterweise kann, um weiterhin ein Sieden des Alkohols zu verhindern, dessen Durchflußgeschwindigkeit entsprechend erhöht werden. Der Volumenstrom kann dabei zwischen 1 und 10 l/h, bevorzugt im Bereich 2 bis 5 l/h, liegen.

Die kontinuierliche Kreislauffahrweise bewirkt einen Abtransport der entstehenden gasförmigen Produkte aus den Elektrolyträumen. Um einen Druckaufbau in der Gesamtanordnung zu verhindern, können die Zwischenbehälter die als Pumpenvorlage und zur Thermostatierung eingesetzt wurden, mit nach oben offenen, stickstoffbeschleierten Rückflußkühlern ausgestattet werden.

[0022] Das bei dem gegenständlichen Verfahren einzusetzende Anodenmaterial ist dem Fachmann geläufig. Prinzipiell sind die in der PCT/EP00/08278 für diesen Zweck aufgeführten Materialien heranzuziehen. Vorzugsweise wird ein wie weiter oben angeführtes Material zur Befüllung des Anodenraumes auch als Anodenmaterial verwendet.

Entsprechendes ist für das Kathodenmaterial anzuführen

[0023] In einer nächsten Ausgestaltung beschäftigt sich die Erfindung mit einer Elektrolysezelle, umfassend ein Anodenkompartiment, das eine wäßrige Lösung mindestens eines Alkalimetallsalzes als Anolyt aufweist, ein Kathodenkompartiment und einen Festelektrolyten als Membran, durch den das Anodenkompartiment und das Kathodenkompartiment voneinander separiert werden, wobei der Festelektrolyt keine weitere ionenleitende Schicht aufweist. Im Gegensatz zur PCT/EP00/08278 hat man überraschend festgestellt, daß die nicht mit ionenleitenden Schichten beschichteten Festelektrolyten der dort aufgeführten Gattung ebenfalls gegenüber den eingesetzten Lösungen hinreichende Stabilität aufweisen, um im technischen Maßstab eingesetzt werden zu können.

[0024] Als Festelektrolyt kommen prinzipiell die weiter oben angeführten Materialien in den dort ebenfalls aufgeführten Ausführungen (ionendurchlässige elektrisch leitende Beschichtung, Kontaktierung mit stromleitenden Mitteln, planparallele Platte etc.) zum Einsatz. [0025] Bevorzugte Elektrolysezellen orientieren sich ansonsten an den oben für das Verfahren schon darge-

15

20

35

legten bevorzugten Ausführungsformen.

**[0026]** Eine wiederum nächste Ausgestaltung der Erfindung bezieht sich auf die Verwendung der erfindungsgemäßen Elektrolysezelle zur Herstellung von Alkalialkoholaten. Es ist ebenfalls eine Verwendung analog PCT/EP00/08278 denkbar.

[0027] Im Rahmen dieser Erfindung wird der Ausdruck ionendurchlässig so verstanden, daß aufgrund von Porositäten und nicht aufgrund von Fehlstellen (wie bei der Ionenleitung) im Material Ionen durch dieses Material diffundieren können.

#### Beispiele:

#### Bestimmung der Wasserstabilität

[0028] Eine Anordnung des Festelektrolyten wird so gestaltet, daß eine Auslagerung einer Hülse (nach oben offenes Rohr) in wäßrigen Lösungen möglich ist. Dazu wird der Innenraum mittels Dichtung und Glasaufsatz dicht verschlossen. Der Glasaufsatz ist mit einem Abgangsventil zum Druckausgleich und zur Probenahme ausgestattet. Die Hülse wird in einem thermostatierbaren Gefäß fixiert, daß wiederum mit einer gesättigten Sodalösung gefüllt ist. Die Hülse selber wird mit 30%iger Natriummethylatlösung gefüllt. Der Auslagerungsversuch wird bei einer Temperatur von 60°C durchgeführt. Die Beständigkeit des Festelektrolyten wird durch wöchentliche Bestimmung des Wassergehaltes in der Alkoholatlösung überprüft. Nach 3 Monaten kann der Versuch abgebrochen werden, ohne daß in der Alkoholatlösung ein erhöhter Wassergehalt nachgewiesen werden kann.

[0029] In einem zweiten Versuch wird eine Scheibe (D 70mm) zwischen zwei Halbschalen fixiert, die ebenfalls einerseits mit ges. Soda- und andererseits 30%iger Alkoholatlösung gefüllt sind. Die Halbschalen wiederum werden dicht abschließend gegenüber Scheibe und Umgebung befestigt. Die Konstruktion wird in einem Wasserbad bei 60°C thermostatiert. Nach 3 Monaten kann kein Wasser in der Alkoholatlösung festgestellt werden.

## Patentansprüche

- Verfahren zur elektrochemischen Herstellung von Alkalialkoholaten ausgehend von einem salzhaltigen wäßrigen Anolyt und einem alkoholischen Katolyt, wobei Kathoden- und Anodenkompartiment durch einen nur ionenleitenden anolyt- und katolytstabilen Festelektrolyt getrennt sind.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Festelektrolyt β-Aluminiumoxid verwendet wird.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1 und/oder 2,

#### dadurch gekennzeichnet, daß

der Festelektrolyt einseitig oder beidseitig mit einer oder mehreren ionendurchlässigen elektrisch leitenden Schichten beschichtet ist.

**4.** Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet, daß

die ionendurchlässige elektrisch leitende Schicht auf den Festelektrolyten aufgedampft oder als Immersionsschicht auf sein Oberfläche aufgebrannt ist.

**5.** Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,

### dadurch gekennzeichnet, daß

die kathoden- und anodenseitige mit einer elektrisch leitfähigen porösen Schicht überzogene Oberfläche des Festelektrolyten mit dem stromabbzw. zuführenden Mitteln in Kontakt steht.

**6.** Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet, daß

der Festelektrolyt in Form einer planparallelen Platte eingesetzt wird.

 Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet, daß

das Anoden- und/oder Kathodenraum mit elektrisch leitfähigen Pulvern aufgefüllt sind.

**8.** Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,

## dadurch gekennzeichnet, daß

man die Temperatur des Anolyten bei der Elektrolyse in einem Intervall von >-10°C bis <+0°C und die Temperatur des Katolyten bei der Elektrolyse in einem Intervall von >-45°C bis <-5°C jeweils berechnet vom Siedepunkt des Anolyten bzw. Katolyten einstellt.

**9.** Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet, daß

man das Verfahren kontinuierlich ausführt.

**10.** Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,

### dadurch gekennzeichnet, daß

der Anolyt einen pH-Wert von > 7 aufweist.

11. Elektrolysezelle, umfassend ein Anodenkompartiment, das eine wäßrige Lösung mindestens eines Alkalimetallsalzes als Anolyt aufweist, ein Kathodenkompartiment und einen Festelektrolyten als Membran, durch den das Anodenkompartiment und

das Kathodenkompartiment voneinander separiert werden,

dadurch gekennzeichnet, daß der Festelektrolyt keine weitere ionenleitende Schicht aufweist.

12. Elektrolysezelle nach Anspruch 11,

# dadurch gekennzeichnet, daß

als Festelektrolyt ein β-Aluminiumoxid verwendet

5

# 13. Elektrolysezelle nach Anspruch 11 und/oder 12,

## dadurch gekennzeichnet, daß

der Festelektrolyt einseitig oder beidseitig mit einer oder mehreren ionendurchlässigen elektrisch leitenden Schichten beschichtet ist.

14. Elektrolysezelle nach einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 13,

#### dadurch gekennzeichnet, daß

die ionendurchlässige elektrisch leitende Schicht 20 auf den Festelektrolyten aufgedampft oder als Immersionsschicht auf sein Oberfläche aufgebrannt

**15.** Elektrolysezelle nach einem oder mehreren der An- 25 sprüche 11 bis 14,

#### dadurch gekennzeichnet, daß

die kathoden- und/oder anodenseitige mit einer elektrisch leitfähigen porösen Schicht überzogene Oberfläche des Festelektrolyten mit dem stromabbzw. zuführenden Mitteln in Kontakt steht.

16. Elektrolysezelle nach einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 15,

# dadurch gekennzeichnet, daß

der Festelektrolyt in Form einer planparallelen Platte eingesetzt wird.

35

17. Elektrolysezelle nach einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 16,

# dadurch gekennzeichnet, daß

der Anolyt einen pH-Wert von > 7 aufweist.

18. Verwendung einer Elektrolysezelle gemäß Anspruch 11 zur Herstellung von Alkalialkoholaten.

50

45

55