

Verbessertes Verfahren zur Depolymerisierung von Polyethylenterephthalat

- Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Depolymerisierung von Polyethylenterephthalat (= „**PET**“), in welchem **PET** mit elektrolytisch hergestelltem Alkalimetallglykolat, insbesondere
- 5 Natrium- oder Kaliumglykolat, zu einer Mischung **M**₁ umfassend Bis-2-hydroxyethylterephthalat (= „**BHET**“; CAS-Nr.: 959-26-2) umgesetzt wird.

- Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich dadurch aus, dass **BHET** einen besonders hohen Anteil unter den Spaltprodukten in der Mischung **M**₁ bildet. Dadurch liefert das erfindungsgemäße
- 10 Verfahren eine hohe Ausbeute an **BHET**, welches direkt für die erneute **PET**-Herstellung eingesetzt werden kann.

- Die vorliegende Erfindung betrifft somit auch ein Verfahren zum Recycling von **PET**, in dem das im Verfahren zur Depolymerisierung von **PET** erhaltene **BHET**, gegebenenfalls nach weiterer
- 15 Reinigung aus **M**₁, wieder zu **PET** polymerisiert wird.

Hintergrund der Erfindung

- Polyethylenterephthalat (= „**PET**“) ist einer der bedeutendsten Kunststoffe, der in Textilfasern, als
- 20 Folien und als Material für Kunststoffflaschen verwendet wird. Allein 2007 lag die in Kunststoffflaschen verwendete Menge bei ~ 10⁷ t (W. Caseri, Polyethylenterephthalate, RD-16-03258 (2009) in F. Böckler, B. Dill, G. Eisenbrand, F. Faupel, B. Fugmann, T. Gamse, R. Matissek, G. Pohnert, A. Rühling, S. Schmidt, G. Sprenger, RÖMPP [Online], Stuttgart, Georg Thieme Verlag, Januar 2022).
- 25 Aufgrund seiner Haltbarkeit und die auf **PET** zurückzuführenden Müllmengen stellt es eine der größten ökologischen Herausforderungen der Gegenwart dar. Die Lösung dieses Problems liegt in der Vermeidung und in der effizienten Wiederverwertung von **PET**.
- Im Stand der Technik werden mehrere Verfahren zur Spaltung von **PET** vorgeschlagen. GB 784,248 A beschreibt die Methanolyse von **PET**.
- 30 Hydrolytische Verfahren zur Depolymerisierung von **PET** beschreiben JP 2000-309663 A, US 4,355,175 A und T. Yoshioka, N. Okayama, A. Okuwaki, Ind. Eng. Chem. Res. **1998**, 37, 336 - 340.
- Die Umsetzung von **PET** mit Glykol wird in der EP 0723951 A1, der US 3,222,299 A, der WO 2020/002999 A2, von S.R. Shukla, A.M. Harad, Journal of Applied Polymer Science **2005**, 97,
- 35 513 - 517 (im Folgenden „Shukla & Harad“) und von N.D. Pingale, S.R. Shukla, European Polymer Journal **2008**, 44, 4151 - 4156 beschrieben.

Shukla & Harad beschreiben, dass bei der PET-Glykolyse Bis-2-hydroxyethylterephthalat (= „BHET“) entsteht. Dieses Spaltprodukt kann gleichzeitig als Edukt zur Herstellung neuen **PETs** eingesetzt werden.

- 5 Es besteht demnach ein Interesse an Verfahren zur Depolymerisierung von **PET**, bei dem ein möglichst hoher Anteil an **BHET** unter den Spaltprodukten erhalten wird.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand darin, ein solches Verfahren zur Verfügung zu stellen.

10 Kurzbeschreibung der Erfindung

Es wurde nun überraschend ein Verfahren gefunden, das die erfindungsgemäße Aufgabe löst.

- Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Depolymerisierung von Polyethylterephthalat
15 **PET**, umfassend die folgenden Schritte:

(a) Herstellung einer Lösung L_1 <21> von M_A -Glykolat in Glykol, wobei M_A ein Alkalimetallkation ist, insbesondere ausgewählt aus Lithium, Kalium, Natrium ist, bevorzugt ausgewählt aus Kalium, Natrium ist, und am bevorzugtesten Natrium ist, in einer Elektrolysezelle **E** <1>, umfassend

- 20
- mindestens eine Anodenkammer K_A <11> mit mindestens einem Zulauf Z_{KA} <110>, mindestens einem Ablauf A_{KA} <111> und einem Innenraum I_{KA} <112>, der eine anodische Elektrode E_A <113> umfasst,
 - 25 - mindestens eine Kathodenkammer K_K <12> mit mindestens einem Zulauf Z_{KK} <120>, mindestens einem Ablauf A_{KK} <121> und einem Innenraum I_{KK} <122>, der eine kathodische Elektrode E_K <123> umfasst,
 - und gegebenenfalls mindestens eine dazwischen liegende Mittelkammer K_M <13> mit
30 mindestens einem Zulauf Z_{KM} <130>, mindestens einem Ablauf A_{KM} <131> und einem Innenraum I_{KM} <132>, wobei dann I_{KA} <112> und I_{KM} <132> durch eine Diffusionsbarriere **D** <14> voneinander abgetrennt sind, und A_{KM} <131> durch eine Verbindung V_{AM} <15> mit dem Zulauf Z_{KA} <110> verbunden ist, so dass durch die Verbindung V_{AM} <15> Flüssigkeit aus I_{KM} <132> in
35 I_{KA} <112> geleitet werden kann,

wobei

- in den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** <1> keine Mittelkammer K_M <13> umfasst, I_{KA} <112> und I_{KK} <122> durch eine Trennwand **W** <16> voneinander abgetrennt sind,

40

- in den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** <1> mindestens eine Mittelkammer **K_M** <13> umfasst, **I_{KK}** <122> und **I_{KM}** <132> durch eine Trennwand **W** <16> voneinander abgetrennt sind,

- 5 wobei die Trennwand **W** <16> eine Seite **S_{KK}** <161> mit der Oberfläche **O_{KK}** <163> und eine der Seite **S_{KK}** <161> gegenüberliegende Seite **S_{AMK}** <162> mit der Oberfläche **O_{AMK}** <164> aufweist, wobei die Trennwand **W** <16> mindestens eine alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** <18> dergestalt umfasst, dass die von der Trennwand **W** <16> umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** <18> den Innenraum **I_{KK}** <122> auf der Seite **S_{KK}** <161> über die
- 10 Oberfläche **O_{KK}** <163> direkt kontaktiert,

und wobei

- in den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** <1> keine Mittelkammer **K_M** <13> umfasst, die von der Trennwand **W** <16> umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** <18> den Innenraum **I_{KA}** <112> auf der Seite **S_{AMK}** <162> über die Oberfläche **O_{AMK}** <164> direkt kontaktiert,
- 15
- in den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** <1> mindestens eine Mittelkammer **K_M** <13> umfasst, die von der Trennwand **W** <16> umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** <18> den Innenraum **I_{KM}** <132> auf der Seite **S_{AMK}** <162> über die Oberfläche **O_{AMK}** <164> direkt kontaktiert,
- 20

(α) wobei in der Elektrolysezelle **E** <1>, wenn diese keine Mittelkammer **K_M** <13> umfasst, die folgenden, gleichzeitig ablaufenden Schritte (α1), (α2), (α3) durchgeführt werden:

- 25
- (α1) eine Lösung **L₂** <22> umfassend Glykol wird durch **I_{KK}** <122> geleitet,
- (α2) eine neutrale oder alkalische, wässrige Lösung **L₃** <23> eines Salzes **S** umfassend **M_A** als Kation wird durch **I_{KA}** <112> geleitet,
- 30
- (α3) zwischen **E_A** <113> und **E_K** <123> wird Spannung angelegt,

oder

- 35 (β) wobei in der Elektrolysezelle **E** <1>, wenn diese mindestens eine Mittelkammer **K_M** <13> umfasst, die folgenden, gleichzeitig ablaufenden Schritte (β1), (β2), (β3) durchgeführt werden:

(β1) eine Lösung **L₂** <22> umfassend Glykol wird durch **I_{KK}** <122> geleitet,

($\beta 2$) eine neutrale oder alkalische, wässrige Lösung L_3 <23> eines Salzes S umfassend M_A als Kation wird durch I_{KM} <132>, dann über V_{AM} <15>, dann durch I_{KA} <112> geleitet,

($\beta 3$) zwischen E_A <113> und E_K <123> wird Spannung angelegt,

5

wodurch am Ablauf A_{KK} <121> die Lösung L_1 <21> erhalten wird, wobei die Konzentration von M_A -Glykolat in L_1 <21> höher ist als in L_2 <22>,

und wodurch am Ablauf A_{KA} <111> eine wässrige Lösung L_4 <24> von S erhalten wird, wobei die
10 Konzentration von S in L_4 <24> geringer ist als in L_3 <23>;

(b) Umsetzung der Lösung L_1 <21> mit **PET** zu einer Mischung M_1 umfassend Bis-2-hydroxyethylterephthalat (= „**BHET**“).

15 In einem weiteren Aspekt betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zum Recycling von **PET**, in welchem in einem Schritt (ζ) das im erfindungsgemäßen Verfahren zur Depolymerisierung erhaltene **BHET** zu **PET** polymerisiert wird.

Es wurde überraschend gefunden, dass bei Umsetzung des **PETs** mit der durch das
20 erfindungsgemäße elektrolytische Verfahren erhaltenen Lösung L_1 <21> ein höherer Anteil an **BHET** erhalten wird als in herkömmlichen Verfahren, in denen die alkalische Alkalimetall-Glykolatlösung durch Mischung des Glykols im entsprechenden Alkalimetallhydroxid erhalten wird.

Abbildungen

25 Abbildungen 1 A und 1 B

Abbildung 1 A (= „Fig. 1 A“) zeigt das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung der Natriumglykolatlösung L_1 <21> in einer Elektrolysezelle E <1>. Diese umfasst eine Kathodenkammer K_K <12> und eine Anodenkammer K_A <11>.

30

Die Kathodenkammer K_K <12> umfasst eine kathodische Elektrode E_K <123> im Innenraum I_{KK} <122>, einen Zulauf Z_{KK} <120> und einen Ablauf A_{KK} <121>.

Die Anodenkammer K_A <11> umfasst eine anodische Elektrode E_A <113> im Innenraum I_{KA} <112>, einen Zulauf Z_{KA} <110> und einen Ablauf A_{KA} <111>.

35

Die beiden Kammern K_A <11> und K_K <12> werden von einer Außenwand W_A <80> der Zweikammerzelle E <1> begrenzt. Der Innenraum I_{KK} <122> ist außerdem durch eine Trennwand W <16>, die aus einer Scheibe einer für Natriumionen selektiv permeablen NaSICON-Festelektrolytkeramik F_A <18> besteht, vom Innenraum I_{KA} <112> abgetrennt. Die NaSICON-

Festelektrolytkeramik F_A <18> erstreckt sich über die gesamte Tiefe und Höhe der Zweikammerzelle E <1>. Die Trennwand weist zwei Seiten S_{KK} <161> und $S_{A/MK}$ <162> auf, deren Oberflächen O_{KK} <163> und $O_{A/MK}$ <164> den jeweiligen Innenraum I_{KK} <122> bzw. I_{KA} <112> kontaktieren.

5

Eine wässrige Lösung von Natriumchlorid L_3 <23> mit pH 10.5 wird über den Zulauf Z_{KA} <110> entgegen der Schwerkraft in den Innenraum I_{KA} <112> gegeben.

Über den Zulauf Z_{KK} <120> wird eine Lösung von 1 Gew.-% Natriumglykolat in Glykol L_2 <22> in den Innenraum I_{KK} <122> geleitet.

Es wird dabei eine Spannung zwischen der kathodischen Elektrode E_K <123> und der anodischen Elektrode E_A <113> angelegt. Dadurch wird im Innenraum I_{KK} <122> Glykol im Elektrolyten L_2 <22> zu Glykolat und H_2 reduziert ($HOCH_2CH_2OH + e^- \rightarrow HOCH_2CH_2O^- + \frac{1}{2} H_2$; daneben auch $HOCH_2CH_2O^- + e^- \rightarrow ^-OCH_2CH_2O^- + \frac{1}{2} H_2$). Natriumionen diffundieren dabei vom Innenraum I_{KA} <112> durch die NaSICON-Festelektrolytkeramik F_A <18> in den Innenraum I_{KK} <122>. Insgesamt erhöht sich dadurch die Konzentration von Natriumglykolat im Innenraum I_{KK} <122>, wodurch am Ablauf A_{KK} <121> eine glykolische Lösung von Natriumglykolat L_1 <21> erhalten wird, deren Konzentration an Natriumglykolat gegenüber L_2 <22> erhöht ist und bei ~ 20 Gew.-% Na-Glykolat in Glykol liegt.

Im Innenraum I_{KA} <112> findet die Oxidation von Chloridionen zu molekularem Chlor statt ($Cl^- \rightarrow \frac{1}{2} Cl_2 + e^-$). Am Ablauf A_{KA} <111> wird eine wässrige Lösung L_4 <24> erhalten, in der der Gehalt an NaCl gegenüber L_3 <23> verringert ist. Chlorgas Cl_2 bildet in Wasser gemäß der Reaktion $Cl_2 + H_2O \rightarrow HOCl + HCl$ hypochlorige Säure und Salzsäure, welche mit weiteren Wassermolekülen sauer reagieren. Die Acidität schädigt die NaSICON-Festelektrolytkeramik F_A <18>.

Abbildung 1 B (= „Fig. 1 B“) zeigt eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens anhand einer Elektrolysezelle E <1>, die eine Mittelkammer K_M <13> umfasst. Diese Dreikammerzelle E <1> umfasst demnach eine Kathodenkammer K_K <12>, eine Anodenkammer K_A <11> und eine dazwischen liegende Mittelkammer K_M <13>.

Die Kathodenkammer K_K <12> umfasst eine kathodische Elektrode E_K <123> im Innenraum I_{KK} <122>, einen Zulauf Z_{KK} <120> und einen Ablauf A_{KK} <121>.

Die Anodenkammer K_A <11> umfasst eine anodische Elektrode E_A <113> im Innenraum I_{KA} <112>, einen Zulauf Z_{KA} <110> und einen Ablauf A_{KA} <111>.

Die Mittelkammer K_M <13> umfasst einen Innenraum I_{KM} <132>, einen Zulauf Z_{KM} <130> und einen Ablauf A_{KM} <131>.

Der Innenraum I_{KA} <112> ist mit dem Innenraum I_{KM} <132> über die Verbindung V_{AM} <15> verbunden.

40

Die drei Kammern werden von einer Außenwand W_A <80> der Dreikammerzelle E <1> begrenzt. Der Innenraum I_{KM} <132> der Mittelkammer K_M <13> ist außerdem durch eine Trennwand W <16>, die aus einer Scheibe einer für Natriumionen selektiv permeablen NaSICON-Festelektrolytkeramik F_A <18> besteht, vom Innenraum I_{KK} <122> der Kathodenkammer K_K <12> abgetrennt. Die NaSICON-Festelektrolytkeramik F_A <18> erstreckt sich über die gesamte Tiefe und Höhe der Dreikammerzelle E <1>. Die Trennwand weist zwei Seiten S_{KK} <161> und $S_{A/MK}$ <162> auf, deren Oberflächen O_{KK} <163> und $O_{A/MK}$ <164> den jeweiligen Innenraum I_{KK} <122> bzw. I_{KM} <132> kontaktieren.

10

Der Innenraum I_{KM} <132> der Mittelkammer K_M <13> ist zusätzlich wiederum durch eine Diffusionsbarriere D <14> vom Innenraum I_{KA} <112> der Anodenkammer K_A <11> abgetrennt. Die NaSICON-Festelektrolytkeramik F_A <18> und die Diffusionsbarriere D <14> erstrecken sich über die gesamte Tiefe und Höhe der Dreikammerzelle E <1>. Die Diffusionsbarriere D <14> ist eine Kationenaustauschermembran (sulfoniertes PTFE).

15

In der Ausführungsform gemäß Abbildung 1 B wird die Verbindung V_{AM} <15> außerhalb der Elektrolysezelle E <1> ausgebildet, insbesondere durch ein Rohr oder Schlauch, dessen Material aus Gummi, Metall oder Kunststoff ausgewählt sein kann. Durch die Verbindung V_{AM} <15> kann Flüssigkeit aus dem Innenraum I_{KM} <132> der Mittelkammer K_M <13> in den Innenraum I_{KA} <112> der Anodenkammer K_A <11> außerhalb der Außenwand W_A <80> der Dreikammerzelle E <1> geleitet werden. Die Verbindung V_{AM} <15> verbindet den Ablauf A_{KM} <131>, der am Boden der Mittelkammer K_M <13> die Außenwand W_A <80> der Elektrolysezelle E <1> durchbricht, mit dem Zulauf Z_{KA} <110>, der am Boden der Anodenkammer K_A <11> die Außenwand W_A <80> der Elektrolysezelle E <1> durchbricht.

20

Eine wässrige Lösung von Natriumchlorid L_3 <23> mit pH 10.5 wird über den Zulauf Z_{KM} <130> gleichgerichtet mit der Schwerkraft in den Innenraum I_{KM} <132> der Mittelkammer K_M <13> gegeben. Durch die Verbindung V_{AM} <15> ist der Innenraum I_{KM} <132> der Mittelkammer K_M <13> mit dem Innenraum I_{KA} <112> der Anodenkammer K_A <11> verbunden. Natriumchloridlösung L_3 <23> wird durch diese Verbindung V_{AM} <15> vom Innenraum I_{KM} <132> in den Innenraum I_{KA} <112> geleitet.

25

Über den Zulauf Z_{KK} <120> wird eine Lösung von ~ 1 Gew.-% Natriumglykolat in Glykol L_2 <22> in den Innenraum I_{KK} <122> geleitet.

30

Es wird dabei eine Spannung zwischen der kathodischen Elektrode E_K <123> und der anodischen Elektrode E_A <113> angelegt. Dadurch wird im Innenraum I_{KK} <122> Glykol im Elektrolyten L_2 <22> zu Glykolat und H_2 reduziert ($HOCH_2CH_2OH + e^- \rightarrow HOCH_2CH_2O^- + \frac{1}{2} H_2$; daneben auch $HOCH_2CH_2O^- + e^- \rightarrow ^-OCH_2CH_2O^- + \frac{1}{2} H_2$). Natriumionen diffundieren dabei vom Innenraum I_{KM}

35

- <132> der Mittelkammer K_M <103> durch die NaSICON-Festelektrolytkeramik F_A <18> in den Innenraum I_{KK} <122>. Insgesamt erhöht sich dadurch die Konzentration von Natriumglykolat im Innenraum I_{KK} <122>, wodurch am Ablauf A_{KK} <121> eine glykolische Lösung von Natriumglykolat L_1 <21> erhalten wird, deren Konzentration an Natriumglykolat gegenüber L_2 <22> auf
- 5 ~ 20 Gew.-% Natriumglykolat in Glykol erhöht ist.

- Im Innenraum I_{KA} <112> findet die Oxidation von Chloridionen zu molekularem Chlor statt ($Cl^- \rightarrow \frac{1}{2} Cl_2 + e^-$). Am Ablauf A_{KA} <111> wird eine wässrige Lösung L_4 <24> erhalten, in der der Gehalt an NaCl gegenüber L_3 <23> verringert ist. Chlorgas Cl_2 bildet in Wasser gemäß der
- 10 Reaktion $Cl_2 + H_2O \rightarrow HOCl + HCl$ hypochlorige Säure und Salzsäure, welche mit weiteren Wassermolekülen sauer reagieren. Die Acidität würde die NaSICON-Festelektrolytkeramik F_A <18> schädigen, wird aber durch die Anordnung in der Dreikammerzelle auf die Anodenkammer K_A <11> begrenzt und somit in der Elektrolysezelle E <1> von der NaSICON-Festelektrolytkeramik F_A <18> ferngehalten. Dadurch erhöht sich deren Lebensdauer beträchtlich.

15 **Abbildungen 2 A und 2 B**

- Abbildung 2 A (= „Fig. 2 A“) zeigt eine bevorzugte Trennwand W <16>. Diese umfasst zwei NaSICON-Festelektrolytkeramiken F_A <18> und F_B <19>, die durch ein Trennelement T <17> voneinander getrennt sind und jeweils lückenlos daran befestigt sind. Das Trennelement T <17>
- 20 weist die geometrische Form eines Quaders auf, an dessen gegenüberliegenden Seiten F_A <18> und F_B <19> lückenlos befestigt sind (z.B. durch Klebstoff).
- Die Seite S_{KK} <161> mit der Oberfläche O_{KK} <163> liegt in der Bildebene, die Seite S_{AMK} <162> mit der nicht in Fig. 2 A sichtbaren Oberfläche O_{AMK} <164> hinter der Bildebene.
- 25 Abbildung 2 B (= Fig. 2 B) zeigt eine andere Ausführungsform einer bevorzugten Trennwand W <16>. Diese umfasst vier NaSICON-Festelektrolytkeramiken F_A <18>, F_B <19>, F_C <28>, F_D <29>, die durch ein Trennelement T <17> voneinander getrennt sind und jeweils lückenlos daran befestigt sind. Das Trennelement T <17> weist die Form eines Kreuzes auf, an dessen gegenüberliegenden Seiten F_A <18>, F_B <19>, F_C <28> und F_D <29> festgeklebt sind.
- 30 Die Seite S_{KK} <161> mit der Oberfläche O_{KK} <163> liegt in der Bildebene, die Seite S_{AMK} <162> mit der nicht in Fig. 2 B sichtbaren Oberfläche O_{AMK} <164> hinter der Bildebene.

Abbildungen 3 A bis 3 C

- Abbildung 3 A (= „Fig. 3 A“) zeigt die Detailansicht, welche in den Abbildungen 2 A und 2 B durch
- 35 einen gestrichelten Kreis hervorgehoben ist. Wie beschrieben sind die jeweiligen Festelektrolytkeramiken F_A <18> und F_B <19> am Trennelement T <17> beispielsweise durch Klebstoff befestigt.

- Abbildung 3 B (= „Fig. 3 B“) illustriert eine weitere Ausführungsform einer bevorzugten Trennwand **W**. Hier weist das Trennelement **T** <17> zwei konkave Vertiefungen (Rillen) auf, in welche die beiden Festelektrolytkeramiken **F_A** <18> und **F_B** <19> eingepasst werden. Dazu kann die Form der Ränder der Festelektrolytkeramiken **F_A** <18> und **F_B** <19> entsprechend mechanisch angepasst werden. Zusätzlich wird eine Dichtung **Di** <40> eingesetzt, die zum Beispiel mit einem Klebstoff am Trennelement **T** <17> und der jeweiligen Festelektrolytkeramik **F_A** <18> bzw. **F_B** <19> angebracht wird. Das Trennelement **T** <17> kann dabei aus zwei oder mehreren Teilen <171> und <172> bestehen, die, wie durch die gestrichelte Linie in Fig. 3 B angedeutet, aneinander befestigt werden können. Bei einer entsprechenden Geometrie und Anpassung der Form der Ränder der Festelektrolytkeramiken **F_A** <18> bzw. **F_B** <19> können letztere zwischen die beiden Teile <171> und <172> geklemmt werden, was die Stabilität der Verbindung Trennelement **T** <17> / Keramik **F_A** <18> bzw. **F_B** <19> und die Dichtheit der Trennwand **W** <16> weiter verbessert.

- Abbildung 3 C (= „Fig. 3 C“) illustriert eine weitere Ausführungsform einer bevorzugten Trennwand **W**. Diese entspricht der in Abbildung 3 B beschriebenen, bis darauf, dass die Vertiefungen (Rillen) im Trennelement **T** <17>, in welche die beiden Festelektrolytkeramiken **F_A** <18> und **F_B** <19> eingepasst werden, nicht konkav, sondern spitz zulaufend sind.

Abbildungen 4 A bis 4 D

- Die Abbildungen 4 A (= „Fig. 4 A“) bis 4 D zeigen weitere Ausführungsformen bevorzugter Trennwände **W** <16>.

- Die in Abbildung 4 A dargestellt Trennwand **W** <16> entspricht der in Abbildung 2 A dargestellten Trennwand **W** <16>, bis darauf, dass sie auch ein Rahmenelement **R** <20> umfasst. Dieses bedeckt alle Oberflächen der Trennwand **W** <16> außer **O_{KK}** <163> und **O_{A/MK}** <164> vollständig. Das Rahmenelement **R** <20> ist nicht einstückig mit dem Trennelement **T** <17> ausgeführt.

- Abbildung 4 B (= „Fig. 4 B“) zeigt eine weitere Ausführungsform einer bevorzugten Trennwand **W** <16>. Diese entspricht der in Abbildung 4 A dargestellten Ausführungsform, außer dass sie zwei Rahmenelemente **R** <20> umfasst, die die obere und untere Oberfläche der Trennwand **W** <16> begrenzen.

- Abbildung 4 C (= „Fig. 4 C“) zeigt eine weitere Ausführungsformen einer bevorzugten Trennwand **W** <16>. Die in Abbildung 4 C dargestellt Trennwand **W** <16> entspricht der in Abbildung 2 B dargestellten Trennwand **W** <16>, bis darauf, dass sie auch ein Rahmenelement **R** <20> umfasst. Dieses bedeckt alle Oberflächen der Trennwand **W** <16> außer **O_{KK}** <163> und **O_{A/MK}** <164> vollständig. Das Rahmenelement **R** <20> ist nicht einstückig mit dem Trennelement **T** <17> ausgeführt.

Abbildung 4 D (= „Fig. 4 D“) zeigt eine weitere Ausführungsformen einer bevorzugten Trennwand **W** <16>. Diese entspricht der in Abbildung 4 C dargestellten Ausführungsform, außer dass sie zwei Rahmenelemente **R** <20> umfasst, die die obere und untere Oberfläche der Trennwand **W** <16> begrenzen.

5

Abbildungen 5 A und 5 B

Abbildung 5 A (= „Fig. 5 A“) zeigt eine Elektrolysezelle **E** <1> in einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese entspricht der in Abbildung 1 A
10 dargestellten Elektrolysezelle mit dem Unterschied, dass eine Trennwand **W** <16> den Innenraum **I_{KK}** <122> der Kathodenkammer **K_K** <12> vom Innenraum **I_{KA}** <112> der Anodenkammer **K_A** <11> abtrennt. Die Trennwand ist jene, die in Abbildungen 2 A und 2 B dargestellt ist.

Abbildung 5 B (= „Fig. 5 B“) zeigt eine Elektrolysezelle **E** <1> in einer bevorzugten
15 Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese entspricht der in Abbildung 1 A dargestellten Elektrolysezelle mit dem Unterschied, dass eine Trennwand **W** <16> den Innenraum **I_{KK}** <122> der Kathodenkammer **K_K** <12> vom Innenraum **I_{KA}** <112> der Anodenkammer **K_A** <11> abtrennt. Die Trennwand **W** <16> ist jene, die in Abbildungen 4 A bis 4 D dargestellt ist. Das Rahmenelement **R** <20> bildet einen Teil der Außenwand **W_A** <80>, so dass die von der
20 Trennwand **W** <16> umfassten Festelektrolytkeramiken vor dem Druck, der durch die Trennwand **W** <16> auf sie wirken würde, wenn sie Teil der Trennwand **W** <16> wären, geschützt sind. Zusätzlich werden die Festelektrolytkeramiken so vollständig zur Trennung der Innenräume **I_{KK}** <122> und **I_{KA}** <112> innerhalb der Elektrolysezelle **E** <1> eingesetzt, da sie nicht teilweise durch die Außenwand verdeckt werden.

25

Abbildungen 6 A und 6 B

Die Abbildung 6 A (= Fig. 6 A) zeigt das erfindungsgemäße Verfahren anhand einer Elektrolysezelle **E** <1>, die der in der Fig. 1 B gezeigten mit dem Unterschied entspricht, dass die
30 Verbindung **V_{AM}** <15> vom Innenraum **I_{KM}** <132> der Mittelkammer **K_M** <13> zum Innenraum **I_{KA}** <112> der Anodenkammer **K_A** <11> durch mehrere Perforationen in der Diffusionsbarriere **D** <14> gebildet wird. Diese Perforationen können nachträglich in die Diffusionsbarriere **D** <14> gestanzt werden oder schon aufgrund des Herstellungsprozesses der Diffusionsbarriere **D** <14> von Vorneherein in dieser vorliegen (z.B. bei textilen Geweben wie Filtertüchern oder Metallgeweben).
35 Die Gesamtheit dieser Perforationen stellt in dieser Ausführungsform die Verbindung **V_{AM}** <15> dar, durch welche Elektrolyt aus dem Innenraum **I_{KM}** <132> in den Innenraum **I_{KA}** <112> geleitet werden kann.

Abbildung 6 B (= „Fig. 6 B“) zeigt eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens anhand einer Elektrolysezelle **E** <1>. Diese entspricht der in Abbildung 1 B dargestellten Elektrolysezelle **E** <1> mit dem Unterschied, dass die Verbindung **V_{AM}** <15> vom Innenraum **I_{KM}** <132> der Mittelkammer **K_M** <13> zum Innenraum **I_{KA}** <112> der Anodenkammer **K_A** <11> durch einen Spalt gebildet wird, der sich zwischen der Diffusionsbarriere **D** <14> und der Außenwand **W_A** <80> ausbildet. Dieser Spalt kann dadurch eingerichtet werden, dass eine ansonsten dichte Diffusionsbarriere **D** <14> so in der Elektrolysezelle **E** <1> angeordnet wird, dass sie den Innenraum **I_{KM}** <132> der Mittelkammer **K_M** <13> nicht vollständig vom Innenraum **I_{KA}** <112> der Anodenkammer **K_A** <11> abtrennt, sondern ein Spalt als Verbindung **V_{AM}** <15> beibehalten wird.

Abbildungen 7 A und 7 B

Abbildung 7 A (= „Fig. 7 A“) zeigt eine weitere Ausführungsform einer bevorzugten Trennwand **W** <16>. Diese umfasst vier NaSICON-Festelektrolytkeramiken **F_A** <18>, **F_B** <19>, **F_C** <28> und **F_D** <29>, die durch ein Trennelement **T** <17>, welches zwei Hälften <171> und <172> umfasst, voneinander getrennt sind. Die Trennwand **W** <16> umfasst auch ein Rahmenelement **R** <20>, welches ebenfalls aus zwei Hälften <201> und <202> besteht.

Die Trennwand **W** <16> besteht aus zwei zusammenklappbaren Teilen, in denen die Hälfte <171> des Trennelements **T** <17> mit der Hälfte <201> des Rahmenelements **R** <20> einstückig vorliegt und die Hälfte <172> des Trennelements **T** <17> mit der Hälfte <202> des Rahmenelements **R** <20> einstückig vorliegt. Diese beiden Teile können optional über ein Scharnier <50> miteinander verbunden und im zusammengeklappten Zustand über das Schloss <60> arretiert werden.

Zwischen diesen Hälften werden die vier NaSICON-Festelektrolytkeramiken **F_A** <18>, **F_B** <19>, **F_C** <28> und **F_D** <29> eingeklemmt, wobei zur Abdichtung jeweils ein als Dichtung **Di** <40> fungierender Ring eingesetzt wird.

Die linke Seite der Abbildung 7 A zeigt die Frontalansicht auf die Seite **S_{KK}** <161> mit der Oberfläche **O_{KK}** <163> der Trennwand **W** <16>. Die als Dichtung **Di** <40> fungierenden Ringe sind mit gestrichelten Umrissen angegeben. Die rechte Seite der Abbildung zeigt die seitliche Ansicht der Trennwand **W** <16>.

Abbildung 7 B (= „Fig. 7 B“) zeigt eine weitere Ausführungsform einer bevorzugten Trennwand **W** <16>. Diese entspricht der in Abbildung 7 A beschriebenen Ausführungsform, bis darauf dass sie neun NaSICON-Festelektrolytkeramiken **F_A** <18>, **F_B** <19>, **F_C** <28>, **F_D** <29>, **F_E** <30>, **F_F** <31>, **F_G** <32>, **F_H** <33>, **F_I** <34> umfasst.

Abbildung 8

Die Abbildung 8 (= Fig. 8) zeigt den Vergleich der Gehalte von **BHET** („1“),
 2-Hydroxyethylterephthalat („**MHET**“; „2“) und Terephthalat („**TS**“; „3“) bei der Depolymerisierung
 5 mit gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltenem Natriumglykolat sowie gemäß mit
 herkömmlichen Verfahren erhaltenem Natriumglykolat.

Die Balken mit der engen Schraffierung „/////“ zeigen den jeweiligen Gehalt von **BHET**, **MHET** und
TS im Reaktorausstrag bei der Depolymerisierung von **PET** gemäß dem erfinderischen Beispiel **E1**,
 10 in dem das für die Depolymerisierung verwendete Natriumglykolat durch Elektrolyse erhalten
 wurde.

Die schwarzen Balken zeigen den jeweiligen Gehalt von **BHET**, **MHET** und **TS** im Reaktorausstrag
 bei der Depolymerisierung von **PET** gemäß dem Vergleichsbeispiel **V1**, in dem bei der
 15 Depolymerisierung lediglich Glykol eingesetzt wurde.

Die Balken mit der fetten Schraffierung „/////“ zeigen den jeweiligen Gehalt von **BHET**, **MHET** und
TS im Reaktorausstrag bei der Depolymerisierung von **PET** gemäß dem Vergleichsbeispiel **V2**, in
 dem das für die Depolymerisierung verwendete Natriumglykolat durch Mischen von NaOH und
 20 Glykol im Reaktor erhalten wurde.

Detaillierte Beschreibung der Erfindung

Es wurde nun überraschend gefunden, dass die Glykolyse von **PET** besonders effizient verläuft,
 wenn Alkalimetallglykolat, insbesondere Natrium- oder Kaliumglykolat eingesetzt wird, welches
 25 elektrolytisch erhalten wurde. Es wurde beobachtet, dass im erfindungsgemäßen Verfahren im
 Vergleich zu den Verfahren des Standes der Technik, in denen Glykolat eingesetzt wird, welches
 durch Auflösen der entsprechenden Alkalimetallhydroxide in Glykol erhalten wurde, ein höherer
 Anteil von **BHET** im Spaltprodukt erhalten wird.

1. Schritt (a): Elektrolyse zum Erhalt der Lösung L₁ umfassend Glykol und M_A-Glykolat
 30

Die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Lösung **L₁** umfassend Glykol und M_A-Glykolat
 wird erfindungsgemäß elektrolytisch in einer Elektrolysezelle **E** <1> erhalten.

Unter „Glykol“ wird im Sinne der Erfindung 1,2-Ethylendiol mit der chemischen Formel
 35 HO-CH₂-CH₂-OH (CAS-Nr. 107-21-1) verstanden.

Unter „M_A-Glykolat“ wird im Sinne der Erfindung das Salz des Glykols mit M_A verstanden. Der
 Begriff „M_A-Glykolat“ umfasst mindestens einen von M_AO-CH₂-CH₂-OH und M_AO-CH₂-CH₂-OM_A,
 bevorzugt mindestens M_AO-CH₂-CH₂-OH,

am bevorzugtesten $\text{MAO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$ und $\text{MAO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OMA}$.

MA ist ein Alkalimetallkation, welches insbesondere aus Lithium, Natrium, Kalium ausgewählt ist, und bevorzugt aus Natrium, Kalium ausgewählt ist. Am bevorzugtesten ist das Alkalimetallkation

5 Natrium.

1.1 Elektrolysezelle E

Die in Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzte Lösung L_1 <21> von MA -Glykolat in Glykol wird in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens in einer Elektrolysezelle E

10 hergestellt.

Die Elektrolysezelle E umfasst mindestens eine Anodenkammer KA und mindestens eine Kathodenkammer KK und gegebenenfalls mindestens eine dazwischen liegende Mittelkammer KM .

Dies umfasst auch Elektrolysezellen E, welche mehr als eine Anodenkammer KA und/oder

15 Kathodenkammer KK und/oder Mittelkammer KM aufweisen. Solche Elektrolysezellen, in denen diese Kammern modularartig aneinandergesetzt werden, sind beispielsweise in der DD 258 143 A3 und der US 2006/0226022 A1 beschrieben.

Die Elektrolysezelle E umfasst in einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung eine

20 Anodenkammer KA und eine Kathodenkammer KK und gegebenenfalls eine dazwischen liegende Mittelkammer KM .

Die Elektrolysezelle E weist üblicherweise eine Außenwand WA auf. Die Außenwand WA ist insbesondere aus einem Material, welches aus der Gruppe bestehend aus Stahl, bevorzugt

25 gummiertem Stahl, Kunststoff, der insbesondere aus Telene ® (duroplastischem Polydicyclopentadien), PVC (Polyvinylchlorid), PVC-C (nachchloriertes Polyvinylchlorid), PVDF (Polyvinylidenfluorid) ausgewählt ist. WA kann insbesondere für Zuläufe und Abläufe durchbrochen sein. Innerhalb von WA liegen dann die mindestens eine Anodenkammer KA , die mindestens eine Kathodenkammer KK und in den Ausführungsformen, in denen die Elektrolysezelle E eine solche

30 umfasst, die mindestens eine dazwischen liegende Mittelkammer KM .

1.1.1 Kathodenkammer KK

Die mindestens eine Kathodenkammer KK weist mindestens einen Zulauf Z_{KK} , mindestens einen Ablauf A_{KK} und einen Innenraum IK_{K} , der eine kathodische Elektrode EK umfasst, auf.

35

Der Innenraum IK_{A} der Anodenkammer KA ist durch eine Trennwand W, vom Innenraum IK_{K} der Kathodenkammer KK abgetrennt, falls die Elektrolysezelle E keine Mittelkammer KM umfasst. Der Innenraum IK_{K} der Kathodenkammer KK ist durch eine Trennwand W, vom Innenraum IK_{M} der

Mittelkammer K_M abgetrennt, falls die Elektrolysezelle E mindestens eine Mittelkammer K_M umfasst.

Die Trennwand W und ihre Anordnung in der Elektrolysezelle E wird weiter unten (Abschnitt 1.1.4) beschrieben.

5 1.1.1.1 Kathodische Elektrode E_K

Die Kathodenkammer K_K umfasst einen Innenraum I_{KK} , der wiederum eine kathodische Elektrode E_K umfasst. Als solche kathodische Elektrode E_K kommt jede dem Fachmann geläufige Elektrode in Frage, die unter den Bedingungen des Schrittes (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens stabil
10 ist. Solche sind insbesondere in WO 2014/008410 A1, Absatz [025] oder DE 10360758 A1, Absatz [030] beschrieben. Diese Elektrode E_K kann aus der Gruppe bestehend aus Maschenwolke, dreidimensionale Matrixstruktur oder „Kugeln“ ausgewählt sein. Die kathodische Elektrode E_K umfasst insbesondere ein Material, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Stahl, Nickel, Kupfer, Platin, platinisierte Metalle, Palladium, auf Kohle geträgertes Palladium, Titan,
15 bevorzugter ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Stahl, Nickel. Bevorzugt umfasst E_K Stahl, noch bevorzugter VA-Stahl (= rostfreien Stahl).

In den Ausführungsformen der Elektrolysezelle E , in denen diese eine Mittelkammer K_M umfasst, befindet sich diese zwischen der Anodenkammer K_A und der Kathodenkammer K_K .

20 1.1.1.2 Zulauf Z_{KK} und Ablauf A_{KK}

Die Kathodenkammer K_K umfasst auch mindestens einen Zulauf Z_{KK} und mindestens einen Ablauf A_{KK} . Dies ermöglicht es, dem Innenraum I_{KK} der Kathodenkammer K_K Flüssigkeit, wie zum Beispiel die Lösung L_2 , zuzufügen und darin befindliche Flüssigkeit, wie zum Beispiel die Lösung L_1 , zu
25 entfernen. Der Zulauf Z_{KK} und der Ablauf A_{KK} sind dabei so an der Kathodenkammer K_K angebracht, dass die Flüssigkeit beim Durchströmen des Innenraums I_{KK} der Kathodenkammer K_K die kathodische Elektrode E_K kontaktiert. Dies ist die Voraussetzung dafür, dass bei der Durchführung von Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens am Ablauf A_{KK} die Lösung L_1 erhalten wird, wenn die Lösung L_2 von Glykol, die optional auch ein M_A -Glykolat umfasst, durch
30 den Innenraum I_{KK} der Kathodenkammer K_K geleitet wird.

Der Zulauf Z_{KK} und der Ablauf A_{KK} können nach dem Fachmann bekannten Verfahren an der Elektrolysezelle E angebracht werden, z.B. durch Bohrungen in der Außenwand und entsprechenden Anschlüssen (Ventilen), die die Ein- bzw. Ausleitung von Flüssigkeit vereinfachen.

35 1.1.2 Anodenkammer K_A

Die mindestens eine Anodenkammer K_A weist mindestens einen Zulauf Z_{KA} , mindestens einen Ablauf A_{KA} und einen Innenraum I_{KA} , der eine anodische Elektrode E_A umfasst, auf.

Der Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K_A ist, falls die Elektrolysezelle E eine Mittelkammer K_M umfasst, durch eine Diffusionsbarriere D vom Innenraum I_{KM} der Mittelkammer K_M abgetrennt.

- 5 Falls die Elektrolysezelle E keine Mittelkammer K_M umfasst, ist der Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K durch die Trennwand W vom Innenraum I_{KK} der Kathodenkammer K_K abgetrennt.

1.1.2.1 Anodische Elektrode E_A

- 10 Die Anodenkammer K_A umfasst einen Innenraum I_{KA} , der wiederum eine anodische Elektrode E_A umfasst. Als solche anodische Elektrode E_A kommt jede dem Fachmann geläufige Elektrode in Frage, die unter den Bedingungen des Schrittes (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens stabil ist. Solche sind insbesondere in WO 2014/008410 A1, Absatz [024] oder DE 10360758 A1, Absatz [031] beschrieben. Diese Elektrode E_A kann aus einer Schicht bestehen oder aus mehreren
- 15 planen, zueinander parallelen Schichten bestehen, die jeweils perforiert oder expandiert sein können. Die anodische Elektrode E_A umfasst insbesondere ein Material, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Rutheniumoxid, Iridiumoxid, Nickel, Kobalt, Nickelwolframat, Nickeltitanat, Edelmetalle wie insbesondere Platin, welches auf einem Träger wie Titan oder Kovar® (einer Eisen/Nickel/Kobalt-Legierung, in denen die einzelnen Anteile bevorzugt wie folgt
- 20 sind: 54 Massen-% Eisen, 29 Massen-% Nickel, 17 Massen-% Cobalt) geträgert ist. Weitere mögliche Anodenmaterialien sind insbesondere Edelstahl, Blei, Graphit, Wolframcarbid, Titandiborid. Bevorzugt umfasst die anodische Elektrode E_A eine mit Rutheniumoxid/ Iridiumoxid beschichtete Titananode ($RuO_2 + IrO_2 / Ti$).

1.1.2.2 Zulauf Z_{KA} und Ablauf A_{KA}

- 25 Die Anodenkammer K_A umfasst auch einen Zulauf Z_{KA} und einen Ablauf A_{KA} . Dies ermöglicht es, dem Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K_A Flüssigkeit, wie zum Beispiel die Lösung L_3 , zuzufügen und darin befindliche Flüssigkeit, wie zum Beispiel die Lösung L_4 , zu entfernen. Der Zulauf Z_{KA} und der Ablauf A_{KA} sind dabei so an der Anodenkammer K_A angebracht, dass die Flüssigkeit beim
- 30 Durchströmen des Innenraums I_{KA} der Anodenkammer K_A die anodische Elektrode E_A kontaktiert. Dies ist die Voraussetzung dafür, dass bei der Durchführung des Schrittes (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens am Ablauf A_{KA} die Lösung L_4 erhalten wird, wenn die Lösung L_3 eines Salzes S durch den Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K_A geleitet wird.
- 35 Der Zulauf Z_{KA} und der Ablauf A_{KA} können nach dem Fachmann bekannten Verfahren an der Elektrolysezelle E angebracht werden, z.B. durch Bohrungen in der Außenwand und entsprechenden Anschlüssen (Ventilen), die die Ein- bzw. Ausleitung von Flüssigkeit vereinfachen. Der Zulauf Z_{KA} kann in bestimmten Ausführungsformen, in denen die Elektrolysezelle E eine

Mittelkammer K_M umfasst, auch innerhalb der Elektrolysezelle liegen, beispielsweise als Perforation in der Diffusionsbarriere D .

1.1.3 Optionale Mittelkammer K_M

- 5 Die in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzte Elektrolysezelle E weist gegebenenfalls mindestens eine Mittelkammer K_M auf. Die optionale Mittelkammer K_M liegt zwischen Kathodenkammer K_K und Anodenkammer K_A . Sie umfasst mindestens einen Zulauf Z_{KM} , mindestens einen Ablauf A_{KM} und einen Innenraum I_{KM} .

- 10 Der Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K_A ist, falls die Elektrolysezelle E eine Mittelkammer K_M umfasst, durch eine Diffusionsbarriere D vom Innenraum I_{KM} der Mittelkammer K_M abgetrennt. A_{KM} ist dann außerdem durch eine Verbindung V_{AM} mit dem Zulauf Z_{KA} verbunden, so dass durch die Verbindung V_{AM} Flüssigkeit aus I_{KM} in I_{KA} geleitet werden kann.

1.1.3.1 Diffusionsbarriere D

15

Der Innenraum I_{KM} der optionalen Mittelkammer K_M ist durch eine Diffusionsbarriere D vom Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K_A abgetrennt und durch die Trennwand W vom Innenraum I_{KK} der Kathodenkammer K_K abgetrennt.

- 20 Für die Diffusionsbarriere D kann jedes Material genutzt werden, welches unter den Bedingungen des Schrittes (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens stabil ist und den Übergang von Protonen von der im Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K_A befindlichen Flüssigkeit in den Innenraum I_{KM} der optionalen Mittelkammer K_M verhindert oder verlangsamt.
- 25 Als Diffusionsbarriere D wird insbesondere eine nicht ionenspezifische Trennwand oder eine für spezifische Ionen durchlässige Membran verwendet. Bevorzugt handelt es sich bei der Diffusionsbarriere D um eine nicht ionenspezifische Trennwand.

- 30 Das Material der nicht ionenspezifischen Trennwand ist insbesondere aus der Gruppe bestehend aus Gewebe, wobei es sich insbesondere um textiles Gewebe oder Metallgewebe handelt, Glas, wobei es sich insbesondere um gesintertes Glas oder Glasfritten handelt, Keramik, insbesondere keramische Fritten, Membrandiaphragmas ausgewählt, und ist besonders bevorzugt ein textiles Gewebe oder Metallgewebe, besonders bevorzugt ein textiles Gewebe. Das textile Gewebe umfasst bevorzugt Kunststoff, bevorzugt einen Kunststoff ausgewählt aus PVC, PVC-C,
- 35 Polyvinylether („PVE“), Polytetrafluorethylen („PTFE“).

Handelt es sich bei der Diffusionsbarriere D um eine „für spezifische Ionen durchlässige Membran“, so bedeutet dies erfindungsgemäß, dass die jeweilige Membran die Diffusion bestimmter Ionen durch sie hindurch gegenüber anderen Ionen begünstigt. Insbesondere sind damit Membranen

gemeint, die die Diffusion durch sie hindurch von Ionen einer bestimmten Ladungsart gegenüber entgegengesetzt geladenen Ionen begünstigt. Noch bevorzugter begünstigen für spezifische Ionen durchlässige Membranen außerdem die Diffusion bestimmter Ionen mit einer Ladungsart gegenüber anderen Ionen derselben Ladungsart durch sie hindurch.

5

Ist die Diffusionsbarriere **D** eine „für spezifische Ionen durchlässige Membran“, handelt es sich insbesondere bei der Diffusionsbarriere **D** um eine anionenleitende Membran oder um eine kationenleitende Membran.

- 10 Anionenleitende Membranen sind erfindungsgemäß solche, die selektiv Anionen, bevorzugt selektiv bestimmte Anionen leiten. In anderen Worten begünstigen sie die Diffusion von Anionen durch sie hindurch gegenüber der von Kationen, insbesondere gegenüber Protonen, noch bevorzugter begünstigen sie zusätzlich die Diffusion von bestimmten Anionen durch sie hindurch gegenüber der Diffusion anderer Anionen durch sie hindurch.

15

Kationenleitende Membranen sind erfindungsgemäß solche, die selektiv Kationen, bevorzugt selektiv bestimmte Kationen leiten. In anderen Worten begünstigen sie die Diffusion von Kationen durch sie hindurch gegenüber der von Anionen, noch bevorzugter begünstigen sie zusätzlich die Diffusion von bestimmten Kationen, durch sie hindurch gegenüber der Diffusion anderer Kationen durch sie hindurch, noch viel mehr bevorzugter von Kationen, bei denen es sich nicht um Protonen handelt, noch bevorzugter um Natriumkationen handelt, gegenüber Protonen.

20

„Begünstigen die Diffusion bestimmter Ionen X gegenüber der Diffusion anderer Ionen Y“ bedeutet insbesondere, dass der Diffusionskoeffizient (Einheit m^2/s) der Ionenart X bei einer gegebenen Temperatur für die betreffende Membran um den Faktor 10, bevorzugt 100, bevorzugt 1000 höher ist als der Diffusionskoeffizient der Ionenart Y für die betreffende Membran.

25

Handelt es sich bei der Diffusionsbarriere **D** um eine „für spezifische Ionen durchlässige Membran“, so ist es bevorzugt eine anionenleitende Membran, denn diese verhindert besonders gut die Diffusion von Protonen aus der Anodenkammer **K_A** in die Mittelkammer **K_M**.

30

Als anionenleitende Membran wird insbesondere eine solche eingesetzt, die für die vom Salz **S** umfassten Anionen selektiv ist. Solche Membranen sind dem Fachmann bekannt und können von ihm eingesetzt werden. Erfindungsgemäß umfasst das Salz **S** **M_A** als Kation.

35

Das Salz **S** ist bevorzugt ein Halogenid, Sulfat, Sulfit, Nitrat, Hydrogencarbonat oder Carbonat von **M_A**, noch bevorzugter ein Halogenid.

Halogenide sind Fluoride, Chloride, Bromide, Jodide. Das bevorzugteste Halogenid ist Chlorid.

40

Bevorzugt wird als anionenleitende Membran eine für Halogenide, bevorzugt Chlorid, selektive Membran eingesetzt.

Anionenleitende Membranen sind beispielsweise von M.A. Hickner, A.M. Herring, E.B. Coughlin, Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics **2013**, *51*, 1727-1735, von C.G. Arges, V. Ramani, P.N. Pintauro, Electrochemical Society Interface **2010**, *19*, 31-35, in WO 2007/048712 A2 sowie auf Seite 181 des Lehrbuchs von Volkmar M. Schmidt Elektrochemische Verfahrenstechnik: Grundlagen, Reaktionstechnik, Prozessoptimierung, 1. Auflage (8. Oktober 2003) beschrieben.

10

Noch bevorzugter werden demnach als anionenleitende Membran organische Polymere, welche insbesondere aus Polyethylen, Polybenzimidazolen, Polyetherketonen, Polystyrol, Polypropylen oder fluorierten Membranen wie Polyperfluorethylen, bevorzugt Polystyrol, ausgewählt sind, eingesetzt, wobei diese kovalent gebunden funktionelle Gruppen ausgewählt aus $-\text{NH}_3^+$, $-\text{NRH}_2^+$, $-\text{NR}_3^+$, $=\text{NR}^+$, $-\text{PR}_3^+$, wobei es sich bei R um Alkylgruppen mit bevorzugt 1 bis 20 Kohlenstoffatomen handelt, oder andere kationische Gruppen aufweisen. Bevorzugt weisen sie kovalent gebundene funktionelle Gruppen, ausgewählt aus $-\text{NH}_3^+$, $-\text{NRH}_2^+$, $-\text{NR}_3^+$, bevorzugter ausgewählt aus $-\text{NH}_3^+$, $-\text{NR}_3^+$, noch bevorzugter $-\text{NR}_3^+$, auf.

15

20 Wenn die Diffusionsbarriere **D** eine kationenleitende Membran ist, handelt es sich insbesondere um eine Membran, die für M_A , also dem vom Salz **S** umfassten Kation, selektiv ist. Noch bevorzugter ist die Diffusionsbarriere **D** eine alkalikationenleitende Membran, noch mehr bevorzugter eine kalium- und/oder natriumionenleitende Membran, am bevorzugtesten eine natriumionenleitende Membran.

25

Kationenleitende Membranen sind beispielsweise beschrieben auf Seite 181 des Lehrbuchs von Volkmar M. Schmidt Elektrochemische Verfahrenstechnik: Grundlagen, Reaktionstechnik, Prozessoptimierung, 1. Auflage (8. Oktober 2003).

30 Noch bevorzugter werden demnach als kationenleitende Membran organische Polymere, welche insbesondere aus Polyethylen, Polybenzimidazolen, Polyetherketonen, Polystyrol, Polypropylen oder fluorierten Membranen wie Polyperfluorethylen, bevorzugt Polystyrol, Polyperfluorethylen, ausgewählt sind, eingesetzt, wobei diese kovalent gebunden funktionelle Gruppen ausgewählt aus $-\text{SO}_3^-$, $-\text{COO}^-$, $-\text{PO}_3^{2-}$, $-\text{PO}_2\text{H}^-$, bevorzugt $-\text{SO}_3^-$, (beschrieben in DE 10 2010 062 804 A1, US 4,831,146) tragen.

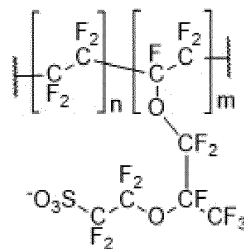
35

Dies kann zum Beispiel ein sulfoniertes Polyperfluorethylen (Nafion® mit CAS-Nummer: 31175-20-9) sein. Diese sind dem Fachmann beispielsweise aus der WO 2008/076327 A1, Absatz [058], US 2010/0044242 A1, Absatz [0042] oder der US 2016/ 0204459 A1 bekannt und unter dem Handelsnamen Nafion®, Aciplex® F, Flemion®, Neosepta®, Ultrex®, PC-SK®

40

erwerblich. Neosepta®-Membranen sind beispielsweise beschrieben von S.A. Mareev, D.Yu. Butylskii, N.D. Pismenskaya, C. Larchet, L. Dammak, V.V. Nikonenko, Journal of Membrane Science **2018**, 563, 768-776.

- 5 Wird eine kationenleitende Membran als Diffusionsbarriere **D** eingesetzt, kann dies beispielsweise ein mit Sulfonsäuregruppen funktionalisiertes Polymer, insbesondere der folgenden Formel **P_{NAFION}**, wobei n und m unabhängig voneinander eine ganze Zahl von 1 bis 10⁶, bevorzugter eine ganze Zahl von 10 bis 10⁵, noch bevorzugter eine ganze Zahl von 10² bis 10⁴ ist, sein.



10

P_{NAFION}

1.1.3.2 Zulauf **Z_{KM}** und Ablauf **A_{KM}**

15

Die optionale Mittelkammer **K_M** umfasst auch einen Zulauf **Z_{KM}** und einen Ablauf **A_{KM}**. Dies ermöglicht es, dem Innenraum **I_{KM}** der Mittelkammer **K_M** Flüssigkeit, wie zum Beispiel die Lösung **L₃**, zuzufügen, und darin befindliche Flüssigkeit, wie zum Beispiel die Lösung **L₃**, in den Innenraum **I_{KA}** der Anodenkammer **K_A** zu überführen.

20

Der Zulauf **Z_{KM}** und der Ablauf **A_{KM}** können nach dem Fachmann bekannten Verfahren an der Elektrolysezelle **E** angebracht werden, z.B. durch Bohrungen in der Außenwand und entsprechenden Anschlüssen (Ventilen), die die Ein- bzw. Ausleitung von Flüssigkeit vereinfachen. Der Ablauf **A_{KM}** kann auch innerhalb der Elektrolysezelle liegen, beispielsweise als Perforation in

25 der Diffusionsbarriere **D**.

1.1.3.3 Verbindung **V_{AM}**

In der in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendeten Elektrolysezelle **E** ist der Ablauf **A_{KM}** durch eine Verbindung **V_{AM}** mit dem Zulauf **Z_{KA}** so verbunden, dass durch die

30 Verbindung **V_{AM}** Flüssigkeit aus **I_{KM}** in **I_{KA}** geleitet werden kann.

Die Verbindung **V_{AM}** kann innerhalb der Elektrolysezelle **E** und/oder außerhalb der Elektrolysezelle **E** ausgebildet sein, und ist bevorzugt innerhalb der Elektrolysezelle ausgebildet.

- 1) Ist die Verbindung V_{AM} innerhalb der Elektrolysezelle E ausgebildet, wird sie bevorzugt durch mindestens eine Perforation in der Diffusionsbarriere D gebildet. Diese Ausführungsform ist insbesondere dann bevorzugt, wenn als Diffusionsbarriere D eine nicht ionenspezifische
- 5 Trennwand, insbesondere ein Metallgewebe oder textiles Gewebe eingesetzt wird. Dieses fungiert als Diffusionsbarriere D und weist aufgrund der Webeigenschaften von vorneherein Perforationen und Lücken auf, die als Verbindung V_{AM} fungieren.
- 2) Die folgend beschriebene Ausführungsform ist insbesondere dann bevorzugt, wenn als
- 10 Diffusionsbarriere D eine für spezifische Ionen durchlässige Membran eingesetzt wird: In dieser Ausführungsform ist die Verbindung V_{AM} außerhalb der Elektrolysezelle E ausgebildet, wobei sie bevorzugt durch eine außerhalb der Elektrolysezelle E verlaufende Verbindung von A_{KM} und Z_{KA} gebildet wird, insbesondere dadurch, dass vom Innenraum I_{KM} der Mittelkammer K_M ein Ablauf A_{KM} durch die Außenwand W_A , bevorzugt am Boden der Mittelkammer K_M , wobei noch bevorzugter der
- 15 Zulauf Z_{KM} an der Oberseite der Mittelkammer K_M ist, gebildet wird, und ein Zulauf Z_{KA} in den Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K_A durch die Außenwand W_A , bevorzugt am Boden der Anodenkammer K_A , gebildet wird, und diese durch eine Leitung, beispielsweise ein Rohr oder ein Schlauch, der bevorzugt ein Material ausgewählt aus Gummi, Kunststoff umfasst, verbunden sind. Der Ablauf A_{KA} ist dann noch bevorzugter an der Oberseite der Anodenkammer K_A ausgebildet.
- 20 „Ablauf A_{KM} am Boden der Mittelkammer K_M “ bedeutet, dass der Ablauf A_{KM} so an der Elektrolysezelle E angebracht ist, dass die Lösung L_3 die Mittelkammer K_M gleichgerichtet mit der Schwerkraft verlässt.
- 25 „Zulauf Z_{KA} am Boden der Anodenkammer K_A “ bedeutet, dass der Zulauf Z_{KA} so an der Elektrolysezelle E angebracht ist, dass die Lösung L_3 in die Anodenkammer K_A entgegen der Schwerkraft eintritt.
- „Zulauf Z_{KM} an der Oberseite der Mittelkammer K_M “ bedeutet, dass der Zulauf Z_{KM} so an der
- 30 Elektrolysezelle E angebracht ist, dass die Lösung L_3 in die Mittelkammer K_M gleichgerichtet mit der Schwerkraft eintritt.
- „Ablauf A_{KA} an der Oberseite der Anodenkammer K_A “ bedeutet, dass der Ablauf A_{KA} so an der Elektrolysezelle E angebracht ist, dass die Lösung L_4 die Anodenkammer K_A entgegen der
- 35 Schwerkraft verlässt.

Diese Ausführungsform ist dabei besonders vorteilhaft und deshalb bevorzugt, wenn der Ablauf A_{KM} durch die Außenwand W_A am Boden der Mittelkammer K_M , und der Zulauf Z_{KA} durch die Außenwand W_A am Boden der Anodenkammer K_A , gebildet wird. Durch diese Anordnung ist es besonders

einfach möglich, in der Anodenkammer K_A gebildete Gase mit L_4 aus der Anodenkammer K_A abzuleiten, um diese dann weiter abzutrennen. Fig. 1 B zeigt eine solche Ausführungsform.

Wenn die Verbindung V_{AM} außerhalb der Elektrolysezelle E ausgebildet ist, sind insbesondere Z_{KM} und A_{KM} an gegenüberliegenden Seiten der Außenwand W_A der Mittelkammer K_M angeordnet (also z.B. Z_{KM} am Boden und A_{KM} an der Oberseite der Elektrolysezelle E oder umgekehrt) und Z_{KA} und A_{KA} an gegenüberliegenden Seiten der Außenwand W_A der Anodenkammer K_A angeordnet (also Z_{KA} am Boden und A_{KA} an der Oberseite der Elektrolysezelle E oder umgekehrt), wie es insbesondere in Abbildung 1 B gezeigt ist. Durch diese Geometrie muss L_3 die beiden Kammern K_M und K_A durchströmen. Dabei können Z_{KA} und Z_{KM} an derselben Seite der Elektrolysezelle E ausgebildet sein, wobei dann automatisch auch A_{KM} und A_{KA} an derselben Seite der Elektrolysezelle E ausgebildet sind. Alternativ können Z_{KA} und Z_{KM} , wie bei der in Abbildung 1 B gezeigten Ausführungsform, an gegenüberliegenden Seiten der Elektrolysezelle E ausgebildet sein, wobei dann automatisch auch A_{KM} und A_{KA} an gegenüberliegenden Seiten der Elektrolysezelle E ausgebildet sind.

3) Wenn die Verbindung V_{AM} innerhalb der Elektrolysezelle E ausgebildet ist, kann dies insbesondere dadurch gewährleistet werden, dass eine Seite („Seite A“) der Elektrolysezelle E , bei der es sich um die Oberseite oder den Boden der Elektrolysezelle E handelt, bevorzugt wie in Abbildung 6 B gezeigt um die Oberseite handelt, den Zulauf Z_{KM} und den Ablauf A_{KA} umfasst und die Diffusionsbarriere D ausgehend von dieser Seite („Seite A“) sich in die Elektrolysezelle E erstreckt, aber nicht ganz bis zur der Seite A gegenüberliegenden Seite („Seite B“) der Elektrolysezelle E , bei der es dann sich um den Boden bzw. die Oberseite der Elektrolysezelle E handelt, reicht und dabei 50 % oder mehr der Höhe der Dreikammerzelle E , bevorzugter 60 % bis 99 % der Höhe der Dreikammerzelle E , noch bevorzugter 70 % bis 95 % der Höhe der Dreikammerzelle E , noch mehr bevorzugter 80 % bis 90 % der Höhe der Dreikammerzelle E , noch viel mehr bevorzugter 85 % der Höhe der Dreikammerzelle E durchspannt. Dadurch dass die Diffusionsbarriere D die Seite B der Dreikammerzelle E nicht berührt, entsteht so ein Spalt zwischen Diffusionsbarriere D und der Außenwand W_A der Seite B der Dreikammerzelle E . Der Spalt ist dann die Verbindung V_{AM} . Durch diese Geometrie muss L_3 die beiden Kammern K_M und K_A vollständig durchströmen.

Diese Ausführungsformen gewährleisten am besten, dass am säureempfindlichen Festelektrolyten die wässrige Salzlösung L_3 vorbeiströmt, bevor diese mit der anodischen Elektrode E_A in Kontakt kommt, wodurch es zur Bildung von Säuren kommt.

„Boden der Elektrolysezelle E “ ist erfindungsgemäß die Seite der Elektrolysezelle E , durch die eine Lösung (z.B. L_3 bei A_{KM} in Abbildung 1 B) gleichgerichtet mit der Schwerkraft aus der Elektrolysezelle E austritt bzw. die Seite der Elektrolysezelle E , durch die eine Lösung (z.B. L_2 bei

Z_{KK} in Abbildungen 1 A, 1 B, 6 A und 6 B und L_3 bei Z_{KA} in Abbildungen 1 A und 1 B) der Elektrolysezelle **E** entgegen der Schwerkraft zugeführt wird.

- 5 „Oberseite der Elektrolysezelle **E**“ ist erfindungsgemäß die Seite der Elektrolysezelle **E**, durch die eine Lösung (z.B. L_4 bei A_{KA} und L_1 bei A_{KK} in Abbildungen 1 A, 1 B, 6 A und 6 B) entgegen der Schwerkraft aus der Elektrolysezelle **E** austritt bzw. die Seite der Elektrolysezelle **E**, durch die eine Lösung (z.B. L_3 bei Z_{KM} in Abbildungen 1 B, 6 A und 6 B) der Elektrolysezelle **E** gleichgerichtet mit der Schwerkraft zugeführt wird.

1.1.3.4 Weitere Ausführungsformen der Mittelkammer K_M

10

In einer bevorzugten Ausführungsform der Elektrolysezelle **E** umfasst der Innenraum I_{KM} auch mindestens ein zusätzliches Merkmal ausgewählt aus:

- 1) Einbauten, die so eingerichtet sind, dass sie im Elektrolyten L_3 zu Turbulenzen führen;
15 2) einer Rührvorrichtung;
3) einer zusätzlichen Einleitung eines Inertgases (z.B. Stickstoff oder Edelgas), durch einen zusätzlichen Zulauf an der Unterseite der Mittelkammer und einen zusätzlichen Ablauf an der Oberseite der Mittelkammer. Über diesen zusätzlichen Ablauf können auch eventuell entstehende Gase wie z.B. CO_2 , wenn es sich beim Salz **S** um ein Carbonat oder Hydrogencarbonat handelt,
20 aus I_{KM} abgeleitet werden.

- Durch diese zusätzlichen bevorzugten Ausführungsformen **1)**, **2)** und **3)** bilden sich im Elektrolyten L_3 beim Durchströmen der I_{KM} Verwirbelungen und Turbulenzen aus. Dadurch wird in der Mittelkammer die Ausbildung eines pH-Gradienten zusätzlich behindert und so die Schädigung der
25 AFK durch einen zu niedrigen pH unterbunden. Dies erhöht die Lebensdauer der AFK.

1.1.4 Trennwand **W**

- Die in Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzte Elektrolysezelle **E** umfasst eine Trennwand **W**. Die Trennwand **W** umfasst mindestens eine alkalikationenleitende
30 Festelektrolytkeramik F_A . In einer bevorzugten Ausführungsform besteht die Trennwand **W** aus einer alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik F_A .

- Die Trennwand **W** umfasst in einer alternativen bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung mindestens zwei, optional durch ein Trennelement **T** voneinander getrennte,
35 alkalikationenleitende Festelektrolytkeramiken („alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik“ wird im Folgenden durch „AFK“ abgekürzt) F_A und F_B .

Die Trennwand **W** weist zwei Seiten **S_{KK}** und **S_{AMK}**, die einander gegenüberliegen, auf, das heißt, die Seite **S_{AMK}** liegt der Seite **S_{KK}** gegenüber (und umgekehrt). Die beiden Seiten **S_{KK}** und **S_{AMK}** umfassen insbesondere im Wesentlichen zueinander parallele Ebenen.

- Die Geometrie der Trennwand **W** ist ansonsten nicht weiter beschränkt und kann insbesondere an
- 5 den Querschnitt der Elektrolysezelle **E** angepasst werden, in der sie zum Einsatz kommt. Beispielsweise kann sie die Geometrie eines Quaders aufweisen und somit einen rechteckigen Durchschnitt aufweisen, oder die Geometrie eines stumpfen Kegels oder Zylinders und demnach einen kreisförmigen Durchschnitt aufweisen.

- 10 Optional kann die Trennwand **W** auch die Geometrie eines Quaders mit abgerundeten Ecken und/oder Auswölbungen aufweisen, die wiederum Löcher aufweisen können. Die Trennwand **W** hat dann Auswölbungen („Hasenohren“), mit denen die Trennwand **W** an Elektrolysezellen fixiert werden kann oder auch Rahmentteile der Trennwand **W** aneinander fixiert werden können.
- 15 Die Seite **S_{KK}** der Trennwand **W** weist die Oberfläche **O_{KK}** auf, und die Seite **S_{AMK}** der Trennwand **W** weist die Oberfläche **O_{AMK}** auf.

- Das Merkmal „Trennwand“ bedeutet, dass die Trennwand **W** flüssigkeitsdicht ist. Somit existieren keine Lücken, durch welche wässrige Lösung, alkoholische Lösung, Alkohol oder Wasser von der
- 20 Seite **S_{KK}** auf die Seite **S_{AMK}** oder umgekehrt fließen könnte. Dies bedeutet in den Fällen, in denen die Trennwand **W** mindestens zwei alkalikationenleitende Festelektrolytkeramiken **F_A** und **F_B** und gegebenenfalls ein Trennelement **T** umfasst, dass **F_A** und **F_B** und das gegebenenfalls vorhandene mindestens eine Trennelement **T** lückenlos aneinander anschließen.

- 25 Die in der Elektrolysezelle **E** gemäß Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens einsetzbare Trennwand **W** umfasst auch Ausführungsformen, in denen die Trennwand **W** mehr als zwei AFKs, z.B. vier oder neun oder zwölf AFKs, umfasst, wobei die AFKs untereinander entweder direkt aneinandergrenzen oder durch ein Trennelement **T** voneinander getrennt sind.

- 30 Wenn die AFKs untereinander direkt aneinandergrenzen, erfordert dies jedoch eine genaue Passung der jeweils angrenzenden AFKs, um das Entstehen einer Lücke zwischen ihnen, durch welche wässrige Flüssigkeit oder Wasser oder Glykol oder glykolische Lösung von der Seite **S_{KK}** auf die Seite **S_{AMK}** fließen könnte, auszuschließen. Es ist deshalb vorteilhaft und bevorzugt, dass, wenn die Trennwand **W** mehr als eine AFK umfasst, in der Trennwand **W** alle von der Trennwand
- 35 **W** umfassten AFKs durch mindestens ein Trennelement **T** voneinander getrennt sind, das heißt kein AFK direkt, also ohne dass ein Trennelement **T** dazwischen wäre, an ein anderes AFK anschließt.

- Die Trennwand **W** ist weiterhin dadurch gekennzeichnet, dass die von der Trennwand **W** umfasste
- 40 AFK **F_A** sowohl über die Oberfläche **O_{KK}** als auch über die Oberfläche **O_{AMK}** direkt kontaktierbar ist.

In der Ausführungsform, in der die Trennwand **W** mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B** umfasst, ist es bevorzugt, dass alle von der Trennwand **W** umfassten AFKs sowohl über die Oberfläche **O_{KK}** als auch über die Oberfläche **O_{AMK}** direkt kontaktierbar sind.

- 5 „Direkt kontaktierbar“ bedeutet mit Bezug auf die von der Trennwand **W** umfassten AFKs, dass mindestens ein Teil der Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** durch die Oberfläche der von der Trennwand **W** umfassten AFKs gebildet wird, das heißt, dass die von der Trennwand **W** umfassten AFKs an den beiden Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** unmittelbar zugänglich sind, so dass sie an den beiden Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** zum Beispiel mit wässriger Lösung, glykolischer Lösung, Glykol oder
- 10 Wasser benetzt werden können.

Für die Anordnung der AFKs in der Trennwand **W** bedeutet dies, dass es für jede der von der Trennwand **W** umfassten AFKs einen Weg von der Oberfläche **O_{KK}** auf der Seite **S_{KK}** auf die Oberfläche **O_{AMK}** auf der Seite **S_{AMK}** gibt, der vollständig durch die jeweilige AFK führt.

15

Wenn die Trennwand **W** mindestens ein Trennelement **T** aufweist, ist typischerweise auch das mindestens eine Trennelement **T** sowohl über mindestens einen Teil der Oberfläche **O_{KK}** als auch über mindestens einen Teil der Oberfläche **O_{AMK}** direkt kontaktierbar.

- 20 „Direkt kontaktierbar“ bedeutet mit Bezug auf das von der Trennwand **W** optional umfasste mindestens eine Trennelement **T**, dass ein Teil der Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** durch die Oberfläche des Trennelements **T** gebildet wird, das heißt dass das Trennelement **T** an den beiden Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** unmittelbar zugänglich ist, so dass das Trennelement **T** an den beiden Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** zum Beispiel mit wässriger Lösung, alkoholischer Lösung, Alkohol oder
- 25 Wasser benetzt werden kann.

- Für die Anordnung des optionalen Trennelements **T** in der Trennwand **W** bedeutet dies insbesondere, dass es für das von der Trennwand **W** optional umfasste Trennelement **T** einen Weg von der Oberfläche **O_{KK}** auf der Seite **S_{KK}** zur Oberfläche **O_{AMK}** auf der Seite **S_{AMK}** gibt, der
- 30 durch das Trennelement **T**, und gegebenenfalls durch eine Dichtung **Di**, aber nicht durch eine AFK, führt.

- In einer bevorzugten Ausführungsform der Trennwand **W** werden mindestens 50 %, bevorzugter mindestens 60 %, noch bevorzugter mindestens 70 %, noch bevorzugter mindestens 85 % der
- 35 Oberfläche **O_{AMK}** durch die von der Trennwand **W** umfassten AFKs gebildet.

- In einer bevorzugten Ausführungsform der Trennwand **W** werden mindestens 50 %, bevorzugter mindestens 60 %, noch bevorzugter mindestens 70 %, noch bevorzugter mindestens 85 % der Oberfläche **O_{KK}** durch die von der Trennwand **W** umfassten AFKs gebildet.

40

In der Ausführungsform, in der die Trennwand **W** mehr als ein AFK aufweist, werden insbesondere 50 % bis 99 %, bevorzugter mindestens 60 % bis 96 %, noch bevorzugter 70 % bis 92 %, noch bevorzugter 85 % bis 90 % der Oberfläche **O_{KK}** durch die von der Trennwand **W** umfassten AFKs gebildet wobei noch bevorzugter der Rest der Oberfläche **O_{KK}** durch das Trennelement **T** und
 5 gegebenenfalls das Rahmenelement **R** gebildet werden. Gleichzeitig werden in der Ausführungsform, in der die Trennwand **W** mehr als ein AFK aufweist, insbesondere 50 % bis 99 %, bevorzugter mindestens 60 % bis 96 %, noch bevorzugter 70 % bis 92 %, noch bevorzugter 85 % bis 90 % der Oberfläche **O_{AMK}** durch die von der Trennwand **W** umfassten AFKs gebildet wobei noch bevorzugter der Rest der Oberfläche **O_{AMK}** durch das Trennelement **T** und gegebenenfalls
 10 das Rahmenelement **R** gebildet werden.

In der bevorzugten Ausführungsform umfasst die Trennwand **W** <16> eine alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** und gegebenenfalls ein Rahmenelement **R**. Noch bevorzugter besteht die Trennwand **W** <16> aus einer alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A**.

15 In einer anderen bevorzugten Ausführungsform umfasst die Trennwand **W** mindestens vier AFKs **F_A**, **F_B**, **F_C** und **F_D**, wobei sie dann noch bevorzugter genau vier AFKs **F_A**, **F_B**, **F_C** und **F_D** umfasst.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform umfasst die Trennwand **W** mindestens neun AFKs
 20 **F_A**, **F_B**, **F_C**, **F_D**, **F_E**, **F_F**, **F_G**, **F_H** und **F_I** wobei sie dann noch bevorzugter genau neun AFKs **F_A**, **F_B**, **F_C**, **F_D**, **F_E**, **F_F**, **F_G**, **F_H** und **F_I** umfasst.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform umfasst die Trennwand **W** mindestens zwölf AFKs **F_A**, **F_B**, **F_C**, **F_D**, **F_E**, **F_F**, **F_G**, **F_H**, **F_I**, **F_J**, **F_K** und **F_L**, wobei sie dann noch bevorzugter genau zwölf AFKs
 25 **F_A**, **F_B**, **F_C**, **F_D**, **F_E**, **F_F**, **F_G**, **F_H**, **F_I**, **F_J**, **F_K** und **F_L** umfasst.

Durch die Anordnung von mindestens zwei AFKs nebeneinander in der Trennwand **W** ergibt sich gegenüber der Anordnung nur einer AFK ein Vorteil, nämlich eine weitere Ausbreitungsrichtung für die AFKs bei den Temperaturschwankungen, die sich bei dem Betrieb der Elektrolysezelle
 30 ergeben. NaSICON-Scheiben, die als Trennwände fungieren, sind in Elektrolysezellen durch die Außenwände der Elektrolysezelle oder von massiven Kunststoffrahmen eingegrenzt. Die bei der Ausdehnung auftretenden mechanischen Spannungen innerhalb der NaSICON können damit nicht abgeleitet werden, was zum Bruch der Keramik führen kann.

35 Demgegenüber grenzen die einzelnen AFKs innerhalb der Trennwand **W** bevorzugt an das Trennelement **T**, was zu zwei vorteilhaften Effekten führt, die beide die Langzeitstabilität der AFK erhöhen:

- jedem AFK steht mindestens ein weiterer Freiheitsgrad zur Verfügung, das heißt eine
 40 Dimension, in die es sich ausdehnen kann. Neben der Ausdehnung in z-Richtung (= das

- heißt über die Dicke der Keramikscheibe im rechten Winkel zur Ebene der Trennwand **W**) ist nun auch eine Ausdehnung in x- und/oder y-Richtung möglich, d.h. in waagerechter und senkrechter Richtung innerhalb der Ebene der Trennwand **W**. Diese Ausdehnungsrichtung ist nicht gegeben oder zumindest stark eingeschränkt, wenn die AFKs zum Beispiel als
- 5 massive Scheibe den Querschnitt der Elektrolysezelle durchspannen und an die massive Wand der Elektrolysezelle grenzen;
- gegenüber einer gleich großen Trennwand, die nur aus einem AFK besteht, resultiert die Aufteilung in mehrere kleine AFKs darin, dass die Spannungen, die innerhalb der kleineren
- 10 AFKs auftreten, auch absolut kleiner sind, schneller abgeführt werden können und sich dadurch nicht so schnell zu einer Spannung aufbauen können, die zum Bruch der AFK führt.

Dadurch ist die Tendenz zu brechen, für die „aufgeteilten“ AFKs in der Trennwand **W** gegenüber dem Einsatz einer Scheibe deutlich reduziert.

15

1.1.4.1 Alkalikationenleitender Festelektrolytkeramik „AFK“

- Als von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitende Festelektrolytkeramiken **F_A**, **F_B** etc. kommt jeder Festelektrolyt in Frage, durch welchen Kationen, insbesondere Alkalikationen, noch
- 20 bevorzugter Natriumkationen, von der Seite **S_{AMK}** auf die Seite **S_{KK}** transportiert werden können. Solche Festelektrolyten sind dem Fachmann bekannt und beispielsweise in der DE 10 2015 013 155 A1, in der WO 2012/048032 A2, Absätze [0035], [0039], [0040], in der US 2010/0044242 A1, Absätze [0040], [0041], in der DE 10360758 A1, Absätze [014] bis [025] beschrieben. Sie werden kommerziell unter dem Namen NaSICON, LiSICON, KSICON vertrieben. Ein natriumionenleitender
- 25 Festelektrolyt ist bevorzugt, wobei dieser noch bevorzugter eine NaSICON-Struktur aufweist. Erfindungsgemäß einsetzbare NaSICON-Strukturen sind außerdem beispielsweise beschrieben von N. Anantharamulu, K. Koteswara Rao, G. Rambabu, B. Vijaya Kumar, Velchuri Radha, M. Vithal, *J Mater Sci* **2011**, *46*, 2821-2837.
- 30 In einer bevorzugten Ausführungsform der Trennwand **W** weisen die von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitende Festelektrolytkeramiken, und insbesondere die AFK **F_A**, unabhängig voneinander eine NaSICON-Struktur der Formel $M^I_{1+2w+x-y+z} M^{II}_w M^{III}_x Zr^{IV}_{2-w-x-y} M^V_y (SiO_4)_z (PO_4)_{3-z}$ auf.
- 35 **M^I** ist dabei ausgewählt aus Na⁺, Li⁺, bevorzugt Na⁺.
M^{II} ist dabei ein zweiwertiges Metallkation, bevorzugt ausgewählt aus Mg²⁺, Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺, Co²⁺, Ni²⁺, bevorzugter ausgewählt aus Co²⁺, Ni²⁺.

M^{III} ist dabei ein dreiwertiges Metallkation, bevorzugt ausgewählt aus Al^{3+} , Ga^{3+} , Sc^{3+} , La^{3+} , Y^{3+} , Gd^{3+} , Sm^{3+} , Lu^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , bevorzugter ausgewählt aus Sc^{3+} , La^{3+} , Y^{3+} , Gd^{3+} , Sm^{3+} , besonders bevorzugt ausgewählt aus Sc^{3+} , Y^{3+} , La^{3+} .

M^V ist dabei ein fünfwertiges Metallkation, bevorzugt ausgewählt aus V^{5+} , Nb^{5+} , Ta^{5+} .

5

Die römischen Indizes I, II, III, IV, V geben die Oxidationszahlen an, in der die jeweiligen Metallkationen vorliegen.

w , x , y , z sind reelle Zahlen, wobei gilt, dass $0 \leq x < 2$, $0 \leq y < 2$, $0 \leq w < 2$, $0 \leq z < 3$,

10 und wobei w , x , y , z so gewählt werden, dass gilt $1 + 2w + x - y + z \geq 0$ und $2 - w - x - y \geq 0$.

Die NaSICON-Struktur hat dabei erfindungsgemäß noch bevorzugter eine Struktur der Formel $Na_{(1+v)}Zr_2Si_vP_{(3-v)}O_{12}$, wobei v eine reelle Zahl ist, für die $0 \leq v \leq 3$ gilt. Am bevorzugtesten gilt $v = 2.4$

15

In einer bevorzugten Ausführungsform der Trennwand **W**, in der diese mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B** umfasst, weisen alle von der Trennwand **W** umfassten AFKs die gleiche Struktur auf.

1.1.4.2 Trennelement T

20 In den Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Trennwand **W**, in denen diese mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B** umfasst, umfasst die Trennwand **W** bevorzugt ein Trennelement **T**. Das Trennelement **T** trennt dann erfindungsgemäß mindestens zwei von der Trennwand **W** umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramiken **F_A** und **F_B**, das heißt es ist zwischen mindestens zwei von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitenden Festelektrolytkeramiken **F_A** und **F_B**
25 angeordnet.

Als Trennelement **T**, welches bevorzugt von der Trennwand **W** umfasst ist, eignet sich jeder Körper, durch den die jeweiligen AFKs voneinander getrennt angeordnet werden können. Die AFKs schließen dabei lückenlos an das Trennelement **T** an, um die Funktion der Trennwand nicht
30 zu beeinträchtigen, die in der Elektrolysezelle **E** die Kathodenkammer flüssigkeitsdicht von der benachbarten Mittel- bzw. Anodenkammer abtrennen soll.

Die Form des Trennelements **T** kann vom Fachmann in Abhängigkeit von der Anzahl der AFKs, die die Trennwand **W** in der bevorzugten Ausführungsform umfasst, gewählt werden.

35

Umfasst die Trennwand **W** beispielsweise zwei oder drei AFKs, können diese jeweils durch ein zwischen den AFKs angeordneter Steg als Trennelement **T** getrennt werden.

Umfasst die Trennwand **W** vier oder mehr AFKs, können diese durch ein Trennelement **T**, welches
40 die Form eines Kreuzes oder Gitters hat, getrennt werden.

In den Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Trennwand **W**, in denen diese mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B** umfasst, ist es besonders bevorzugt, dass die Trennwand **W** mindestens vier AFKs umfasst und noch bevorzugter, dass das Trennelement **T** dann kreuzförmig oder gitterförmig ist, da
5 dann gewährleistet ist, dass den AFKs alle drei Dimensionen vollständig für die thermische Ausdehnung/Schrumpfung zur Verfügung stehen.

Das Trennelement **T** kann dabei aus einem Stück bestehen. Dann wird der AFK zum Beispiel mit einem dem Fachmann bekannten Mittel lückenlos an das Trennelement **T** befestigt, zum Beispiel
10 über einen Klebstoff, wobei bevorzugt Epoxidharze, Phenolharze genutzt werden Alternativ oder zusätzlich kann das Trennelement **T** auch so ausgeformt sein, dass das jeweilige AFK in das Trennelement eingepasst oder eingeklemmt werden kann. Dies kann schon bei der Herstellung der Trennwand **W** entsprechend durchgeführt werden.

15 In einer bevorzugten Ausführungsform, in denen die Trennwand **W** ein Trennelement umfasst, umfasst diese insbesondere zwischen Trennelement **T** und den AFKs, eine Dichtung **Di** (Abbildungen 3 B, 3 C). Dadurch wird besonders gut gewährleistet, dass die Trennwand **W** flüssigkeitsdicht ist. Die Dichtung **Di** kann vom Fachmann für die jeweilige AFK bzw. das jeweilige Trennelement **T** ausgewählt werden.

20 Die Dichtung **Di** umfasst insbesondere ein Material, welches aus der Gruppe bestehend aus Elastomeren, Klebstoffe, bevorzugt Elastomeren, ausgewählt ist.

Als Elastomer kommt insbesondere Kautschuk in Betracht, bevorzugt Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk („EPDM“), Fluor-Polymer-Kautschuk („FPM“), Perfluorpolymerkautschuk („FFPM“),
25 Acrylnitrilbutadienkautschuk („NBR“).

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform umfasst das Trennelement **T** mindestens zwei Teile **T₁** und **T₂**, die aneinander befestigt werden können und so die AFKs zwischen sich
30 einklemmen.

In dieser Ausführungsform ist es besonders bevorzugt, dann zwischen Trennelement **T** und AFK noch eine Dichtung **Di** anzubringen, um die Flüssigkeitsdichte zu gewährleisten.

35 Das Trennelement **T** umfasst bevorzugt ein Material, welches aus der Gruppe bestehend aus Kunststoff, Glas, Holz ausgewählt ist. Besonders bevorzugt ist das Trennelement **T** aus Kunststoff. Noch bevorzugter handelt es sich bei dem Kunststoff um einen, der aus der Gruppe bestehend aus Polypropylen, Polystyren, Polyvinylchlorid, nachchloriertes Polyvinylchlorid („PVC-C“) ausgewählt ist.

1.1.4.3 Rahmenelement R

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform umfasst die Trennwand **W** auch ein Rahmenelement **R**. Das Rahmenelement **R** unterscheidet sich dadurch vom Trennelement **T**, dass es nicht zwischen den von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitenden Festelektrolytkeramiken angeordnet ist, diese also nicht voneinander trennt. Das Rahmenelement **R** begrenzt insbesondere die Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** mindestens teilweise, bevorzugt vollständig. Das bedeutet insbesondere: Das Rahmenelement **R** umschließt die Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** mindestens teilweise, bevorzugt vollständig.

Das Rahmenelement **R** kann dabei als ein Teil der Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** ausgebildet sein oder nicht. Bevorzugt ist das Rahmenelement **R** als ein Teil der Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** ausgebildet.

Das Rahmenelement **R** ist insbesondere über die Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** direkt kontaktierbar oder nicht direkt kontaktierbar, bevorzugt direkt kontaktierbar.

„Nicht direkt kontaktierbar“ bedeutet mit Bezug auf das von der Trennwand **W** optional umfasste Rahmenelement **R**, dass das Rahmenelement **R** ausschließlich als mindestens ein Teil der Oberflächen jener Seiten der Trennwand **W** ausgebildet ist, bei denen es sich nicht um die Seiten **S_{KK}** und **S_{AMK}** handelt. Insbesondere bildet das Rahmenelement **R** dann mindestens 1 %, bevorzugt mindestens 25 %, bevorzugt mindestens 50 %, noch bevorzugt 100 % der Oberflächen der Seiten der Trennwand **W** aus, bei denen es sich nicht um die Seiten **S_{KK}** und **S_{AMK}** handelt.

„Direkt kontaktierbar“ bedeutet mit Bezug auf das von der Trennwand **W** optional umfasste Rahmenelement **R**, dass ein Teil der Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** durch die Oberfläche des Rahmenelements **R** gebildet wird, das heißt, dass das von der Trennwand **W** umfasste Rahmenelement **R** an den beiden Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** unmittelbar zugänglich sind, so dass es an den beiden Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** zum Beispiel mit wässriger Lösung, alkoholischer Lösung, Alkohol oder Wasser benetzt werden kann.

Für die Anordnung des Rahmenelements **R** in der Trennwand **W** bedeutet dies, dass es dann einen Weg von der Oberfläche **O_{KK}** auf der Seite **S_{KK}** auf die Oberfläche **O_{AMK}** auf der Seite **S_{AMK}** gibt, der vollständig durch das Rahmenelement **R** führt.

Dies schließt die folgenden Ausführungsformen ein:

- ein Teil des Randes der Oberflächen **O_{KK}** und **O_{AMK}** wird durch das Rahmenelement **R** gebildet (wie in den Abbildungen 4 B, 4 D gezeigt);

- der Rand der Oberflächen O_{KK} und O_{AMK} wird vollständig durch das Rahmenelement R gebildet (wie in den Abbildungen 4 A, 4 C, 7 A, 7 B gezeigt);

- Dabei kann das Rahmenelement R zusätzlich auch als mindestens ein Teil der Oberflächen jener
- 5 Seiten der Trennwand W ausgebildet sein, bei denen es sich nicht um die Seiten S_{KK} und S_{AMK} handelt. Insbesondere bildet das Rahmenelement R mindestens 1 %, bevorzugter mindestens 25 %, bevorzugter mindestens 50 %, noch bevorzugter 100 % der Oberflächen der Seiten der Trennwand W aus, bei denen es sich nicht um die Seiten S_{KK} und S_{AMK} handelt.
- 10 In Fig. 4 B und Fig. 4 D sind beispielsweise Ausführungsformen gezeigt, in denen das Rahmenelement R einen Teil der Oberflächen jener Seiten der Trennwand W ausbildet, bei denen es sich nicht um die Seiten S_{KK} und S_{AMK} handelt.

- In Fig. 4 A und Fig. 4 C sind beispielsweise Ausführungsformen gezeigt, in denen das
- 15 Rahmenelement R die Oberflächen jener Seiten der Trennwand W , bei denen es sich nicht um die Seiten S_{KK} und S_{AMK} handelt, vollständig ausbildet.

- Das Rahmenelement R ist insbesondere aus einem Material, welches ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Kunststoff, Glas, Holz ausgewählt ist. Besonders bevorzugt ist das
- 20 Rahmenelement R aus Kunststoff.
- Noch bevorzugter handelt es sich bei dem Kunststoff um einen, der aus der Gruppe bestehend aus Polypropylen, Polystyren, Polyvinylchlorid, PVC-C ausgewählt ist.

- In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind, wenn die Trennwand W ein Trennelement T und ein Rahmenelement R umfasst, das Rahmenelement R und das Trennelement T aus dem
- 25 gleichen Material, noch bevorzugter sind beide aus Kunststoff, der noch bevorzugter ausgewählt ist aus Polypropylen, Polystyren, Polyvinylchlorid, PVC-C.

- Das Rahmenelement R kann dabei aus einem Stück bestehen. Dann wird der AFK zum Beispiel
- 30 mit einem dem Fachmann bekannten Mittel lückenlos an das Rahmenelement R befestigt, zum Beispiel über einen Klebstoff, wobei sich besonders Epoxidharze und Phenolharze eignen.
- Alternativ oder zusätzlich kann das Rahmenelement R auch so ausgeformt sein, dass das jeweilige AFK in das Rahmenelement R eingepasst oder eingeklemmt werden kann.

- 35 Dies bedeutet auch, dass in der bevorzugten Ausführungsform, in der die Trennwand W mindestens zwei AFKs F_A , F_B , mindestens ein Trennelement T und ein Rahmenelement R umfasst, die AFKs, das mindestens eine Trennelement T und das Rahmenelement R lückenlos aneinander anschließen.

Somit existieren dann keine Lücken, zwischen Trennelement **T**, Rahmenelement **R** und den von der Trennwand **W** umfassten AFKs, durch welche Glykol, glykolische Lösung, wässrige Lösung oder Wasser von der Seite **S_{KK}** auf die Seite **S_{AMK}** oder umgekehrt fließen könnte.

- 5 Daneben kann, insbesondere wenn die Trennwand **W** mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B**, ein Rahmenelement **R** und mindestens ein Trennelement **T** umfasst, und das Rahmenelement **R** und das mindestens eine Trennelement **T** mindestens teilweise einstückig miteinander ausgebildet sind, das Rahmenelement **R** aus mindestens zwei Teilen bestehen, die aneinander befestigt sind und dabei die AFKs zwischen sich einklemmen. Beispielsweise kann die Trennwand **W** dann ein
- 10 Scharnier aufweisen, an dem sich die beiden Teile des Rahmenelements **R** auf- und zuklappen lassen. Weiterhin kann die Trennwand **W** dann ein Schloss aufweisen, an dem sich die beiden Teile des Rahmenelements **R** im zugeklappten Zustand arretieren lassen (Abbildung 7 A).

- Im zugeklappten Zustand können dann die AFKs und, falls dieses nicht schon einstückig mit dem
- 15 Rahmenelement **R** ausgebildet ist, das Trennelement **T** zwischen den beiden Teilen des Rahmenelements **R** eingeklemmt werden. In dieser Ausführungsform kann dann zwischen Trennelement **T** und AFK bzw. Rahmenelement **R** und AFK noch eine Dichtung angebracht sein, um die Flüssigkeitsdichte zu gewährleisten.

- 20 In einer bevorzugten Ausführungsform ist, wenn die Trennwand **W** mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B**, ein Rahmenelement **R** und mindestens ein Trennelement **T** umfasst, mindestens ein Teil des Trennelements **T** einstückig mit mindestens einem Teil des Rahmenelements **R** ausgebildet. Dies bedeutet insbesondere, dass dann mindestens ein Teil des Trennelements **T** in das Rahmenelement **R** übergeht.

- 25 Bevorzugt liegen das mindestens eine Trennelement **T** und das Rahmenelement **R** dann einstückig vor.

- Die Ausführungsform eines Rahmenelements **R** hat den Vorteil, dass es beim Zusammenbau der
- 30 Elektrolysezelle **E** als Teil der Außenwand fungieren kann. Dieser Teil der Trennwand **W** kontaktiert die Lösungen im jeweiligen Innenraum **I_{KK}**, **I_{KA}** bzw. **I_{KM}** nicht, weshalb es Verschwendung wäre, für diesen Teil die mindestens eine Festelektrolytkeramik **F_A** zu nehmen. Daneben ist der Teil der Trennwand **W**, welcher zwischen die Außenwand geklemmt oder ein Teil davon bildet, Drücken ausgesetzt, was die brüchige Festelektrolytkeramik **F_A** ungeeignet macht.
- 35 Stattdessen wird somit ein bruchsicheres und billigeres Material für den Rahmen **R** ausgewählt.

1.1.4.4 Herstellung der Trennwand W

Die Trennwand **W** kann nach dem Fachmann bekannten Verfahren hergestellt werden.

- 5 Als Trennwand **W** kann in einer Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens eine AFK **F_A** genutzt werden, die nach dem Fachmann bekannten Verfahren geschnitten oder geformt wird.

- Umfasst die Trennwand **W** ein Rahmenelement **R** oder mindestens ein Trennelement **T**, können die von der Trennwand umfassten AFKs, gegebenenfalls mit Dichtungen, in eine Gießform
10 eingelegt werden und das Trennelement über flüssigen Kunststoff gegossen und dann erstarren gelassen werden (Spritzgußverfahren). Beim Erstarren umschließt dieser dann die AFKs.

Alternativ wird das Trennelement **T** separat gegossen (bzw. in Teilen) und dann lückenlos an die mindestens zwei AFKs befestigt (zum Beispiel geklebt).

- 15 1.1.4.5 Anordnung der Trennwand W in der Elektrolysezelle E

1) Die Trennwand **W** ist in der Elektrolysezelle **E** so angeordnet, dass die von der Trennwand **W** umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** den Innenraum **I_{KK}** auf der Seite **S_{KK}** über die Oberfläche **O_{KK}** direkt kontaktiert.

20

Wenn die Trennwand **W** mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B**, mindestens ein Trennelement **T** und gegebenenfalls ein Rahmenelement **R** umfasst, ist die Trennwand **W** in der Elektrolysezelle **E** so angeordnet, dass die von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitenden Festelektrolytkeramiken **F_A** und **F_B** und bevorzugt auch das Trennelement **T**, den Innenraum **I_{KK}**
25 auf der Seite **S_{KK}** über die Oberfläche **O_{KK}** direkt kontaktieren.

- Dies bedeutet, dass die Trennwand **W** in der Elektrolysezelle **E** so angeordnet ist, dass, wenn der Innenraum **I_{KK}** auf der Seite **S_{KK}** mit Lösung **L₂** vollständig gefüllt ist, dass die Lösung **L₂** dann über die Oberfläche **O_{KK}** mindestens die von der Trennwand **W** umfasste alkalikationenleitende
30 Festelektrolytkeramik **F_A** kontaktiert, so dass Ionen (z.B. Alkalimetallionen wie Natrium, Lithium) aus **F_A** in die Lösung **L₂** eintreten können.

- Wenn die Trennwand **W** mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B**, mindestens ein Trennelement **T** und gegebenenfalls ein Rahmenelement **R** umfasst, bedeutet dies, dass die Trennwand **W** in der
35 Elektrolysezelle **E** so angeordnet ist, dass, wenn der Innenraum **I_{KK}** auf der Seite **S_{KK}** mit Lösung **L₂** vollständig gefüllt ist, dass die Lösung **L₂** dann über die Oberfläche **O_{KK}** mindestens die zwei von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitenden Festelektrolytkeramiken **F_A** und **F_B** und bevorzugt auch das Trennelement **T** so kontaktiert, dass Ionen (z.B. Alkalimetallionen wie Natrium, Lithium) aus **F_A** und **F_B**, in die Lösung **L₂** eintreten können.

40

2) Zusätzlich ist die Trennwand **W** in den Ausführungsformen, in denen die Elektrolysezelle **E** keine Mittelkammer **K_M** umfasst, so in der Elektrolysezelle **E** angeordnet, dass die von der Trennwand **W** umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** den Innenraum **I_{KA}** auf der Seite **S_{AMK}** über die Oberfläche **O_{AMK}** direkt kontaktiert.

5

Wenn die Trennwand **W** mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B**, mindestens ein Trennelement **T** und gegebenenfalls ein Rahmenelement **R** umfasst, und wenn die Elektrolysezelle **E** keine Mittelkammer **K_M** umfasst, bedeutet dies, dass die Trennwand **W** so in der Elektrolysezelle **E** angeordnet ist, dass die von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitenden

10 Festelektrolytkeramiken, und bevorzugt auch das Trennelement **T**, den Innenraum **I_{KA}** auf der Seite **S_{AMK}** über die Oberfläche **O_{AMK}** direkt kontaktieren.

Dies bedeutet Folgendes: in den Ausführungsformen, in denen die Elektrolysezelle **E** keine Mittelkammer **K_M** umfasst, grenzt die Trennwand **W** an den Innenraum **I_{KA}** der Anodenkammer **K_A**.

15

In diesen Ausführungsformen ist die Trennwand **W** in der Elektrolysezelle **E** dann so angeordnet, dass, wenn der Innenraum **I_{KA}** auf der Seite **S_{AMK}** mit Lösung **L₃** vollständig gefüllt ist, dass die Lösung **L₃** dann über die Oberfläche **O_{AMK}** mindestens die von der Trennwand **W** umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** kontaktiert, so dass Ionen (z.B. Alkalimetallionen wie Natrium, Lithium) aus der Lösung **L₄** in die AFK **F_A** eintreten können.

20

Wenn die Trennwand **W** mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B**, mindestens ein Trennelement **T** und gegebenenfalls ein Rahmenelement **R** umfasst, bedeutet dies dann, dass die Trennwand **W** in der Elektrolysezelle **E** so angeordnet ist, dass, wenn der Innenraum **I_{KA}** auf der Seite **S_{AMK}** mit Lösung **L₃** vollständig gefüllt ist, dass die Lösung **L₃** dann über die Oberfläche **O_{AMK}** mindestens die zwei von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitenden Festelektrolytkeramiken **F_A** und **F_B** und bevorzugt auch das Trennelement **T** so kontaktiert, dass Ionen (z.B. Alkalimetallionen wie Natrium, Lithium) aus der Lösung **L₃** in die AFK **F_A** und **F_B** eintreten können.

25

30 3) Zusätzlich ist die Trennwand **W** in den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** mindestens eine Mittelkammer **K_M** umfasst, so in der Elektrolysezelle **E** angeordnet, dass die von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** den Innenraum **I_{KM}** auf der Seite **S_{AMK}** über die Oberfläche **O_{AMK}** direkt kontaktiert.

35

Wenn die Trennwand **W** mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B**, mindestens ein Trennelement **T** und gegebenenfalls ein Rahmenelement **R** umfasst, und wenn die Elektrolysezelle **E** mindestens eine Mittelkammer **K_M** umfasst, bedeutet dies, dass die Trennwand **W** so in der Elektrolysezelle **E** angeordnet ist, dass die von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitenden Festelektrolytkeramiken, und bevorzugt auch das Trennelement **T**, den Innenraum **I_{KM}** auf der Seite **S_{AMK}** über die Oberfläche **O_{AMK}** direkt kontaktieren.

40

Dies bedeutet Folgendes: in den Ausführungsformen, in denen die Elektrolysezelle **E** mindestens eine Mittelkammer **K_M** umfasst, grenzt die Trennwand **W** an den Innenraum **I_{KM}** der Mittelkammer **K_M**.

5

In diesen Ausführungsformen ist die Trennwand **W** in der Elektrolysezelle **E** dann so angeordnet, dass, wenn der Innenraum **I_{KM}** auf der Seite **S_{A/MK}** mit Lösung **L₃** vollständig gefüllt ist, dass die Lösung **L₃** dann über die Oberfläche **O_{A/MK}** mindestens die von der Trennwand **W** umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** kontaktiert, so dass Ionen (z.B. Alkalimetallionen wie Natrium, Lithium) aus der Lösung **L₃** in die AFK **F_A** eintreten können.

10

Wenn die Trennwand **W** mindestens zwei AFKs **F_A**, **F_B**, mindestens ein Trennelement **T** und gegebenenfalls ein Rahmenelement **R** umfasst, bedeutet dies dann, dass die Trennwand **W** in der Elektrolysezelle **E** so angeordnet ist, dass, wenn der Innenraum **I_{KM}** auf der Seite **S_{A/MK}** mit Lösung **L₃** vollständig gefüllt ist, dass die Lösung **L₃** dann über die Oberfläche **O_{A/MK}** mindestens die zwei von der Trennwand **W** umfassten alkalikationenleitenden Festelektrolytkeramiken **F_A** und **F_B** und bevorzugt auch das Trennelement **T** so kontaktiert, dass Ionen (z.B. Alkalimetallionen wie Natrium, Lithium) aus der Lösung **L₃** in die AFK **F_A** und **F_B** eintreten können.

15

20 In einer bevorzugten Ausführungsform der Elektrolysezelle **E** kontaktieren mindestens 50 %, insbesondere mindestens 70 %, bevorzugt mindestens 90 %, am bevorzugtesten 100 % des Teils der Oberfläche **O_{KK}**, der durch AFKs gebildet wird, den Innenraum **I_{KK}**.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Elektrolysezelle **E** ohne Mittelkammer kontaktieren

25 mindestens 50 %, insbesondere mindestens 70 %, bevorzugt mindestens 90 %, am bevorzugtesten 100 % des Teils der Oberfläche **O_{A/MK}**, der durch AFKs gebildet wird, den Innenraum **I_{KA}**.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Elektrolysezelle **E** mit mindestens einer Mittelkammer kontaktieren mindestens 50 %, insbesondere mindestens 70 %, bevorzugt mindestens 90 %, am

30 bevorzugtesten 100 % des Teils der Oberfläche **O_{A/MK}**, der durch AFKs gebildet wird, den Innenraum **I_{KM}**.

1.2 Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens

Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens betrifft die Herstellung einer Lösung L_1 von M_A -Glykolat in Glykol, wobei M_A ein Alkalimetallkation ist. Das Verfahren wird in einer

5 Elektrolysezelle **E** durchgeführt.

Bevorzugt ist M_A aus der Gruppe bestehend aus Li^+ , K^+ , Na^+ , bevorzugter aus der Gruppe bestehend aus K^+ , Na^+ ausgewählt. Am bevorzugtesten ist $M_A = Na^+$.

1.2.1 Erfindungsgemäßes Verfahren in einer Elektrolysezelle **E** ohne Mittelkammer K_M

10

In den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** keine Mittelkammer K_M umfasst, werden die gleichzeitig ablaufenden Schritt ($\alpha 1$), ($\alpha 2$), ($\alpha 3$) durchgeführt.

1.2.1.1 Schritt ($\alpha 1$)

15 Im Schritt ($\alpha 1$) wird eine Lösung L_2 umfassend Glykol, bevorzugt umfassend ein Alkalimetallglykolat M_A -Glykolat und Glykol, durch I_{KK} geleitet.

Die Lösung L_2 ist bevorzugt frei von Wasser. „Frei von Wasser“ bedeutet erfindungsgemäß, dass das Gewicht des Wassers in der Lösung L_2 bezogen auf das Gewichts des Glykols in der Lösung

20 L_2 (Massenverhältnis) $\leq 1 : 10$, bevorzugter $\leq 1 : 20$, noch bevorzugter $\leq 1 : 100$, noch bevorzugter $\leq 0.5 : 100$, noch bevorzugter $\leq 1 : 1000$, noch bevorzugter $\leq 1 : 10000$ ist.

Umfasst die Lösung L_2 M_A -Glykolat, so liegt der Massenanteil von M_A -Glykolat in der Lösung L_2 , bezogen auf die gesamte Lösung L_2 , insbesondere bei > 0 bis 30 Gew.-%, bevorzugt bei 0.1 bis 20

25 Gew.-%, noch bevorzugter bei 0.2 bis 10 Gew.-%, noch bevorzugter bei 0.5 bis 5 Gew.-%, am bevorzugtesten bei 0.7 bis 2 Gew.-%, am allerbevorzugtesten bei 1 Gew.-%.

Umfasst die Lösung L_2 M_A -Glykolat, so liegt in der Lösung L_2 insbesondere das Massenverhältnis von M_A -Glykolat zu Glykol im Bereich $1 : 1000$ bis $1 : 5$, bevorzugter im Bereich $1 : 250$ bis $3 : 20$,

30 noch bevorzugter im Bereich $1 : 120$ bis $1 : 8$, noch bevorzugter bei $1 : 100$.

1.2.1.2 Schritt ($\alpha 2$)

In Schritt ($\alpha 2$) wird eine neutrale oder alkalische, wässrige Lösung L_3 eines Salzes **S** umfassend M_A als Kation durch I_{KA} geleitet.

35

Das Salz **S** ist bevorzugt ein Halogenid, Sulfat, Sulfit, Nitrat, Hydrogencarbonat oder Carbonat von M_A , noch bevorzugter ein Halogenid.

Halogenide sind Fluoride, Chloride, Bromide, Jodide. Das bevorzugteste Halogenid ist Chlorid.

Der pH der wässrigen Lösung L_3 ist dabei ≥ 7.0 , bevorzugt im Bereich 7 bis 12, bevorzugter im Bereich 8 bis 11, noch bevorzugter 10 bis 11, am bevorzugtesten bei 10.5.

- 5 Der Massenanteil des Salzes S in der Lösung L_3 liegt dabei bevorzugt im Bereich > 0 bis 20 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 20 Gew.-%, bevorzugter bei 5 bis 20 Gew.-%, noch bevorzugter bei 10 bis 20 Gew.-%, am bevorzugtesten bei 20 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Lösung L_3 .

1.2.1.3 Schritt ($\alpha 3$)

- 10 Im Schritt ($\alpha 3$) wird dann eine Spannung zwischen E_A und E_K angelegt.

Dadurch kommt es zu einem Stromtransport von der Ladungsquelle zur Anode, zu einem Ladungstransport über Ionen zur Kathode und schließlich zu einem Stromtransport zurück zur Ladungsquelle. Die Ladungsquelle ist dem Fachmann bekannt und ist typischerweise ein

- 15 Gleichrichter, der Wechselstrom in Gleichstrom umwandelt und über Spannungsumwandler bestimmte Spannungen erzeugen kann.

Dies hat wiederum folgende Konsequenzen:

- 20 am Ablauf A_{KK} wird die Lösung L_1 erhalten, wobei die Konzentration von M_A -Glykolat in L_1 höher ist als in L_2 ,

am Ablauf A_{KA} wird eine wässrige Lösung L_4 von S erhalten, wobei die Konzentration von S in L_4 geringer ist als in L_3 .

25

Im Schritt ($\alpha 3$) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird insbesondere eine solche Spannung angelegt, dass so ein Strom fließt, so dass die Stromdichte (= Verhältnis des Stroms, der zur Elektrolysezelle fließt, zur Fläche des Festelektrolyten, die den in I_{KA} befindlichen Anolyten kontaktiert) im Bereich von 10 bis 8000 A/ m² liegt, bevorzugter im Bereich von 100 bis 2000 A/ m²

- 30 liegt, noch bevorzugter im Bereich von 300 bis 800 A/ m², noch bevorzugter bei 494 A/ m² liegt.

Dies kann vom Fachmann standardmäßig bestimmt werden. Die Fläche des Festelektrolyten, die den im Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K_A befindlichen Anolyten kontaktiert, beträgt insbesondere 0.00001 bis 10 m², bevorzugt 0.0001 bis 2.5 m², bevorzugter 0.0002 bis 0.15 m², noch bevorzugter 2.83 cm².

35

Es versteht sich von selbst, dass der Schritt ($\alpha 3$) des erfindungsgemäßen Verfahrens dann durchgeführt wird, wenn der Innenraum I_{KA} der Anodenkammer K_A mindestens teilweise mit L_3 beladen ist und der Innenraum I_{KK} der Kathodenkammer K_K mit L_2 mindestens teilweise beladen ist, so dass sowohl L_3 als auch L_2 die von der Trennwand W umfassten AFKs kontaktieren und

insbesondere auch das Trennelement **T**, wenn die Trennwand **W** ein solches umfasst, kontaktieren.

- Die Tatsache, dass in Schritt ($\alpha 3$) ein Ladungstransport zwischen **E_A** und **E_K** stattfindet, impliziert, dass **I_{KK}** und **I_{KA}** gleichzeitig mit **L₂** bzw. **L₃** so beladen sind, dass sie die Elektroden **E_K** bzw. **E_A** so weit bedecken, dass der Stromkreislauf geschlossen ist.

- Das ist insbesondere dann der Fall, wenn kontinuierlich ein Flüssigkeitsstrom von **L₃** durch **I_{KA}** und ein Flüssigkeitsstrom von **L₂** durch **I_{KK}** geleitet wird und der Flüssigkeitsstrom von **L₃** die Elektrode **E_A** und der Flüssigkeitsstrom von **L₂** die Elektrode **E_K** mindestens teilweise, bevorzugt vollständig bedeckt.

- In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird das Verfahren gemäß der Erfindung kontinuierlich durchgeführt, also Schritt ($\alpha 1$) und Schritt ($\alpha 2$) kontinuierlich durchgeführt und dabei gemäß Schritt ($\alpha 3$) Spannung angelegt.

- Nach Durchführung des Schrittes ($\alpha 3$) wird am Ablauf **A_{KK}** die Lösung **L₁** erhalten, wobei die Konzentration von **M_A**-Glykolat in **L₁** höher ist als in **L₂**. Wenn **L₂** schon **M_A**-Glykolat umfasste, ist die Konzentration von **M_A**-Glykolat in **L₁** bevorzugt um das 1.01 bis 200.2-fache, bevorzugter um das 5.04 bis 100.8-fache, noch bevorzugter um das 10.077 bis 50.4-fache, noch mehr bevorzugter um das 18.077 bis 20.08-fache höher als in **L₂**, am bevorzugtesten um das 20.00-fache höher als in **L₂**, wobei noch bevorzugter dabei der Massenanteil von **M_A**-Glykolat in **L₁** und in **L₂** im Bereich 0.1 bis 50 Gew.-%, noch mehr bevorzugter 1 bis 20 Gew.-% liegt.

- Am Ablauf **A_{KA}** wird eine wässrige Lösung **L₄** von **S** erhalten, wobei die Konzentration von **S** in **L₄** geringer ist als in **L₃**.

- Die Konzentration des Kations **M_A** in der wässrigen Lösung **L₃** liegt bevorzugt im Bereich 0.5 bis 5 mol/l, bevorzugter 1 mol/l. Die Konzentration des Kations **M_A** in der wässrigen Lösung **L₄** ist bevorzugter 0.5 mol/l geringer als jene der jeweils eingesetzten wässrigen Lösung **L₃**.

- Insbesondere werden die Schritte ($\alpha 1$) bis ($\alpha 3$) des erfindungsgemäßen Verfahrens bei einer Temperatur von 20 °C bis 110 °C, bevorzugt 50 °C bis 105 °C, bevorzugter 80 °C bis 99 °C, noch bevorzugter 90 °C bis 95 °C und einem Druck von 0.5 bar bis 1.5 bar, bevorzugt 0.9 bar bis 1.1 bar, bevorzugter 1.0 bar durchgeführt.

- Bei der Durchführung der Schritte ($\alpha 1$) bis ($\alpha 3$) des erfindungsgemäßen Verfahrens entsteht in **I_{KK}** typischerweise Wasserstoff, der über den Ablauf **A_{KK}** aus der Zelle zusammen mit der Lösung **L₁** abgeführt werden kann. Die Mischung aus Wasserstoff und Lösung **L₁** kann dann in einer besonderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung nach dem Fachmann bekannten

- Verfahren aufgetrennt werden. In I_{KA} , wenn es sich bei der eingesetzten Alkalimetallverbindung um ein Halogenid, insbesondere Chlorid handelt, kann Chlor oder ein anderes Halogengas entstehen, welches über den Ablauf A_{KK} aus der Zelle zusammen mit der Lösung L_4 abgeführt werden kann. Daneben kann auch Sauerstoff oder/und Kohlendioxid entstehen, was ebenso abgeführt werden
- 5 kann. Die Mischung aus Chlor, Sauerstoff und/oder CO_2 und Lösung L_4 kann dann in einer besonderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung nach dem Fachmann bekannten Verfahren aufgetrennt werden. Genauso kann dann nach Abtrennung der Gase Chlor, Sauerstoff und/oder CO_2 von der Lösung L_4 diese nach dem Fachmann bekannten Verfahren voneinander abgetrennt werden.

10 *1.2.2 Erfindungsgemäßes Verfahren in einer Elektrolysezelle E mit Mittelkammer K_M*

In den Fällen, in denen die Elektrolysezelle E mindestens eine Mittelkammer K_M umfasst, werden die gleichzeitig ablaufenden Schritte ($\beta 1$), ($\beta 2$), ($\beta 3$) durchgeführt.

- 15 Es ist bevorzugt, dass die Elektrolysezelle E mindestens eine Mittelkammer K_M umfasst, und dann die gleichzeitig ablaufenden Schritte ($\beta 1$), ($\beta 2$), ($\beta 3$) durchgeführt werden.

1.2.2.1 Schritt ($\beta 1$)

- Im Schritt ($\beta 1$) wird eine Lösung L_2 umfassend Glykol, bevorzugt umfassend ein
- 20 Alkalimetallglykolat M_A -Glykolat und Glykol, durch I_{KK} geleitet.

- Die Lösung L_2 ist bevorzugt frei von Wasser. „Frei von Wasser“ bedeutet erfindungsgemäß, dass das Gewicht des Wassers in der Lösung L_2 bezogen auf das Gewichts des Glykols in der Lösung L_2 (Massenverhältnis) $\leq 1 : 10$, bevorzugter $\leq 1 : 20$, noch bevorzugter $\leq 1 : 100$, noch bevorzugter
- 25 $\leq 0.5 : 100$ ist.

- Umfasst die Lösung L_2 M_A -Glykolat, so liegt der Massenanteil von M_A -Glykolat in der Lösung L_2 , bezogen auf die gesamte Lösung L_2 , insbesondere bei > 0 bis 30 Gew.-%, bevorzugt bei 0.1 bis 20 Gew.-%, noch bevorzugter bei 0.2 bis 10 Gew.-%, noch bevorzugter bei 0.5 bis 5 Gew.-%, am
- 30 bevorzugtesten bei 0.7 bis 2 Gew.-%, am allerbevorzugtesten bei 1 Gew.-%.

Umfasst die Lösung L_2 M_A -Glykolat, so liegt in der Lösung L_2 insbesondere das Massenverhältnis von M_A -Glykolat zu Glykol im Bereich $1 : 1000$ bis $1 : 5$, bevorzugter im Bereich $1 : 250$ bis $3 : 20$, noch bevorzugter im Bereich $1 : 120$ bis $1 : 8$, noch bevorzugter bei $1 : 100$.

1.2.2.2 Schritt (β2)

In Schritt (β2) wird eine neutrale oder alkalische, wässrige Lösung L_3 eines Salzes S umfassend M_A als Kation durch I_{KM} , dann über V_{AM} , dann durch I_{KA} geleitet.

5

Das Salz S ist bevorzugt ein Halogenid, Sulfat, Sulfit, Nitrat, Hydrogencarbonat oder Carbonat von M_A , noch bevorzugter ein Halogenid.

Halogenide sind Fluoride, Chloride, Bromide, Jodide. Das bevorzugteste Halogenid ist Chlorid.

10

Der pH der wässrigen Lösung L_3 ist dabei ≥ 7.0 , bevorzugt im Bereich 7 bis 12, bevorzugter im Bereich 8 bis 11, noch bevorzugter 10 bis 11, am bevorzugtesten bei 10.5.

Der Massenanteil des Salzes S in der Lösung L_3 liegt dabei bevorzugt im Bereich > 0 bis

15

20 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 20 Gew.-%, bevorzugter bei 5 bis 20 Gew.-%, noch bevorzugter bei 10 bis 20 Gew.-%, am bevorzugtesten bei 20 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Lösung L_3 .

1.2.2.3 Schritt (β3)

Im Schritt (β3) wird dann eine Spannung zwischen E_A und E_K angelegt.

20

Dadurch kommt es zu einem Stromtransport von der Ladungsquelle zur Anode, zu einem Ladungstransport über Ionen zur Kathode und schließlich zu einem Stromtransport zurück zur Ladungsquelle. Die Ladungsquelle ist dem Fachmann bekannt und ist typischerweise ein Gleichrichter, der Wechselstrom in Gleichstrom umwandelt und über Spannungsumwandler bestimmte Spannungen erzeugen kann.

25

Dies hat wiederum folgende Konsequenzen:

am Ablauf A_{KK} wird die Lösung L_1 erhalten, wobei die Konzentration von M_A -Glykolat in L_1 höher ist als in L_2 ,

30

am Ablauf A_{KA} wird eine wässrige Lösung L_4 von S erhalten, wobei die Konzentration von S in L_4 geringer ist als in L_3 .

35

Im Schritt (β3) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird insbesondere eine solche Spannung angelegt, dass so ein Strom fließt, so dass die Stromdichte (= Verhältnis des Stroms, der zur Elektrolysezelle fließt, zur Fläche des Festelektrolyten, die den in I_{KM} befindlichen Anolyten kontaktiert) im Bereich von 10 bis 8000 A/ m² liegt, bevorzugter im Bereich von 100 bis 2000 A/ m² liegt, noch bevorzugter im Bereich von 300 bis 800 A/ m², noch bevorzugter bei 494 A/ m² liegt.

40

Dies kann vom Fachmann standardmäßig bestimmt werden. Die Fläche des Festelektrolyten, die

den in der Mittelkammer K_M befindlichen Anolyten kontaktiert beträgt insbesondere 0.00001 bis 10 m², bevorzugt 0.0001 bis 2.5 m², bevorzugter 0.0002 bis 0.15 m², noch bevorzugter 2.83 cm².

Es versteht sich von selbst, dass der Schritt (β3) des erfindungsgemäßen Verfahrens dann
 5 durchgeführt wird, wenn die Innenräume I_{KA} und I_{KM} beider Kammern K_M und K_A mindestens teilweise mit L_3 beladen sind und der Innenraum I_{KK} mit L_2 mindestens teilweise beladen ist, so dass sowohl L_3 als auch L_2 die von der Trennwand W umfassten Festelektrolyten kontaktieren und insbesondere auch das Trennelement T , wenn die Trennwand W ein solches umfasst, kontaktieren.

10 Die Tatsache, dass in Schritt (β3) ein Ladungstransport zwischen E_A und E_K stattfindet, impliziert, dass I_{KK} , I_{KM} und I_{KA} gleichzeitig mit L_2 bzw. L_3 so beladen sind, dass sie die Elektroden E_K bzw. E_A so weit bedecken, dass der Stromkreislauf geschlossen ist.

15 Das ist insbesondere dann der Fall, wenn kontinuierlich ein Flüssigkeitsstrom von L_3 durch I_{KM} , V_{AM} und I_{KA} und ein Flüssigkeitsstrom von L_2 durch I_{KK} geleitet wird und der Flüssigkeitsstrom von L_3 die Elektrode E_A und der Flüssigkeitsstrom von L_2 die Elektrode E_K mindestens teilweise, bevorzugt vollständig bedeckt.

20 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird das Verfahren gemäß der Erfindung kontinuierlich durchgeführt, also Schritt (β1) und Schritt (β2) kontinuierlich durchgeführt und dabei gemäß Schritt (β3) Spannung angelegt.

Nach Durchführung des Schrittes (β3) wird am Ablauf A_{KK} die Lösung L_1 erhalten, wobei die
 25 Konzentration von M_A -Glykolat in L_1 höher ist als in L_2 . Wenn L_2 schon M_A -Glykolat umfasste, ist die Konzentration von M_A -Glykolat in L_1 bevorzugt um das 1.01 bis 200.2-fache, bevorzugter um das 5.04 bis 100.80-fache, noch bevorzugter um das 10.077 bis 50.40-fache, noch mehr bevorzugter um das 18.077 bis 20.08-fache höher als in L_2 , am bevorzugtesten um das 20.00-fache höher als in L_2 , wobei noch bevorzugter dabei der Massenanteil von M_A -Glykolat in L_1
 30 und in L_2 im Bereich 0.1 bis 50 Gew.-%, noch mehr bevorzugter 1 bis 20 Gew.-% liegt.

Am Ablauf A_{KA} wird eine wässrige Lösung L_4 von S erhalten, wobei die Konzentration von S in L_4 geringer ist als in L_3 .

35 Die Konzentration des Kations M_A in der wässrigen Lösung L_3 liegt bevorzugt im Bereich 0.5 bis 5 mol/l, bevorzugter 1 mol/l. Die Konzentration des Kations M_A in der wässrigen Lösung L_4 ist bevorzugter 0.5 mol/l geringer als jene der jeweils eingesetzten wässrigen Lösung L_3 .

Insbesondere werden die Schritte (β1) bis (β3) des erfindungsgemäßen Verfahrens bei einer
 40 Temperatur von 20 °C bis 110 °C, bevorzugt 50 °C bis 105 °C, bevorzugter 80 °C bis 99 °C, noch

bevorzugter 90 °C bis 95 °C und einem Druck von 0.5 bar bis 1.5 bar, bevorzugt 0.9 bar bis 1.1 bar, bevorzugt 1.0 bar durchgeführt.

- Bei der Durchführung der Schritte (β1) bis (β3) des erfindungsgemäßen Verfahrens entsteht in der
- 5 Kathodenkammer I_{KK} typischerweise Wasserstoff, der über den Ablauf A_{KK} aus der Zelle zusammen mit der Lösung L_1 abgeführt werden kann. Die Mischung aus Wasserstoff und Lösung L_1 kann dann in einer besonderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung nach dem Fachmann bekannten Verfahren aufgetrennt werden. In I_{KA} , wenn es sich bei der eingesetzten
- 10 Alkalimetallverbindung um ein Halogenid, insbesondere Chlorid handelt, kann Chlor oder ein anderes Halogengas entstehen, welches über den Ablauf A_{KK} aus der Zelle zusammen mit der Lösung L_4 abgeführt werden kann. Daneben kann auch Sauerstoff oder/und Kohlendioxid entstehen, was ebenso abgeführt werden kann. Die Mischung aus Chlor, Sauerstoff und/oder CO_2 und Lösung L_4 kann dann in einer besonderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung nach dem Fachmann bekannten Verfahren aufgetrennt werden. Genauso kann dann nach Abtrennung
- 15 der Gase Chlor, Sauerstoff und/oder CO_2 von der Lösung L_4 diese nach dem Fachmann bekannten Verfahren voneinander abgetrennt werden.

1.2.2.4 Zusätzliche Vorteile der Schritte (β1) bis (β3)

- Diese Durchführung der Schritte (β1) bis (β3) bringen noch weitere überraschende Vorteile, die im
- 20 Lichte des Standes der Technik nicht zu erwarten waren. Durch die Schritte (β1) bis (β3) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der säurelabile Feststoffelektrolyt vor Korrosion geschützt, ohne dass dabei wie im Stand der Technik Alkoholatlösung aus dem Kathodenraum als Pufferlösung geopfert werden muss. Damit ist das erfindungsgemäße Verfahren effizienter als die in WO 2008/076327 A1 beschriebene Vorgehensweise, in der die Produktlösung für die
- 25 Mittelkammer verwendet wird, was den Gesamtumsatz schmälert.

2. Schritt (b): Umsetzung von PET mit der Lösung L₁ <21>

In Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die in Schritt (a) erhaltene Lösung L₁ <21> umfassend Glykol und M_A-Glykolat mit **PET** zu einer Mischung M₁ umfassend **BHET** umgesetzt.

5

2.1 PET-Ausgangsmaterial

Als **PET**, welches im Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzt wird, kann jegliches **PET** eingesetzt werden, was depolymerisiert werden muss. Typischerweise fällt solches **PET** als Abfall an, insbesondere im Haushalt, in der Industrie oder in der Landwirtschaft.

In einer Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens liegt das damit zu depolymerisierende **PET** in Mischung mit anderen Kunststoffen, insbesondere mindestens einem Kunststoff ausgewählt aus Polyethylen („PE“), Polyvinylchlorid („PVC“) vor. Dies ist typischerweise der Fall, wenn im erfindungsgemäßen Verfahrens **PET** aus Kunststoffabfällen depolymerisiert werden soll. In dieser Ausführungsform wird das **PET** mindestens teilweise von den anderen Kunststoffen, bevorzugt durch Aussortieren, abgetrennt, bevor es dem Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens unterworfen wird.

In einer Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das **PET** mindestens einem Vorbehandlungsschritt ausgesetzt.

Solche Vorbehandlungsschritte sind beispielsweise beschrieben in DE 10032899 C2.

Erfindungsgemäß wird das **PET** mindestens einem Vorbehandlungsschritt ausgewählt aus chemischen Vorbehandlungsschritt, Zerkleinerungsschritt unterworfen, bevor es in Schritt (b) eingesetzt wird.

In den Fällen, in denen das **PET** in Mischung mit anderen Kunststoffen vorliegt, wird das **PET** bevorzugt mindestens einem Vorbehandlungsschritt ausgewählt aus mindestens teilweiser Abtrennung von anderen Kunststoffen, bevorzugt durch Aussortierung, chemischen Vorbehandlungsschritt, Zerkleinerungsschritt unterworfen, bevor es in Schritt (b) eingesetzt wird.

In den Fällen, in denen das **PET** in Mischung mit anderen Kunststoffen vorliegt, wird das **PET** bevorzugt erst mindestens teilweise von anderen Kunststoffen abgetrennt, dann mindestens einmal chemisch vorbehandelt und schließlich zerkleinert.

Bei dem chemischen Vorbehandlungsschritt handelt es sich insbesondere um einen Waschschrift. Ein solcher Waschschrift hat den Vorteil, dass vor der Durchführung des Schrittes (b) eventuelle

Verunreinigungen insbesondere Speisereste, Reste von Kosmetika und/oder Körpersekrete (z.B. Blut, Sperma, Fäkalien), entfernt werden. Solche Verunreinigungen könnten die Effizienz der Umsetzung in Schritt (b) herabsetzen und/oder die Reinheit des damit erhaltenen **BHET** verschlechtern.

5

Beim chemischen Vorbehandlungsschritt, insbesondere dem Waschschrift, wird der Abfall insbesondere in einer Waschlösung bei einer Temperatur von 30 °C bis 99 °C, bevorzugt 50 °C bis 90 °C, noch bevorzugter 70 °C bis 85 °C, erhitzt.

10 Typische Waschlösungen sind dem Fachmann geläufig und bevorzugt ausgewählt aus:

- wässrige Lösung eines Tensids, bevorzugt eines nicht-ionischen Tensids;
- wässrige Lösung eines Alkalimetallhydroxids oder Erdalkalimetallhydroxids; bevorzugt wässrige NaOH.

15

Die Behandlungszeit des chemischen Vorbehandlungsschritts, insbesondere des Waschschrifts, beträgt dabei insbesondere 1 min bis 12 h, bevorzugt 10 min bis 6 h, bevorzugter 30 min bis 2 h, noch bevorzugter 45 bis 90 min, am bevorzugtesten 60 min.

20 Nach der Behandlung des **PET** mit dem chemischen Vorbehandlungsschritt, insbesondere dem Waschschrift, wird die wässrige Lösung abgetrennt, z.B. durch Filtration, und das gesäuberte **PET** bevorzugt mindestens einmal mit Wasser gewaschen, um Reste der Waschlösung zu entfernen.

Der so erhaltene **PET**-Abfall wird dann getrocknet, insbesondere in einem Trockenschrank.

25 Die zum Trocknen eingesetzt Temperatur liegt dabei insbesondere im Bereich 30 bis 120 °C, bevorzugt 50 °C bis 100 °C, bevorzugter 60 °C bis 90 °C, am bevorzugtesten bei 80 °C.

Der Zerkleinerungsschritt hat den Vorteil, dass die in Schritt (b) für die Reaktion zur Verfügung stehende Oberfläche des **PET** erhöht wird. Dadurch erhöht sich die Reaktionsgeschwindigkeit der

30 Umsetzung in Schritt (b) erhöht. Die Zerkleinerung kann in den Fachmann bekannten Apparaturen erfolgen, beispielsweise einem Shredder oder einer Schneidmühle.

In einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das **PET**, bevor es dem Schritt (b) unterworfen wird, entfärbt oder gezielt gefärbt. Dies kann mit dem Fachmann

35 bekannten Verfahren durchgeführt werden, z.B. Entfärbung mit Wasserstoffperoxid oder Färbung mit einem Farbstoff.

2.2 Umsetzungsbedingungen

Die Umsetzung des **PET** mit einer Lösung **L₁** <21> umfassend Glykol und M_A-Glykolat zu einer Mischung **M₁** kann dann unter dem Fachmann geläufigen Bedingungen erfolgen.

5

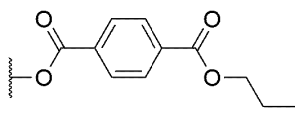
Bevorzugt wird die Umsetzung in Schritt (b) so lange, d.h. bis zu einem Zeitpunkt **t_b**, durchgeführt bis sich mindestens **P** = 10 %, bevorzugt mindestens **P** = 20 %, bevorzugter mindestens **P** = 25 %, bevorzugter mindestens **P** = 30 %, bevorzugter mindestens **P** = 40 %, bevorzugter mindestens **P** = 50 %, bevorzugter mindestens **P** = 60 %, bevorzugter mindestens **P** = 70 %, bevorzugter mindestens **P** = 80 %, bevorzugter mindestens **P** = 90 %, bevorzugter mindestens **P** = 95 %, noch bevorzugter mindestens **P** = 99 % des in Schritt (b) eingesetzten **PETs** umgesetzt haben.

10

Dieser prozentuale Anteil **P** wird nach der folgenden Formel berechnet:

$$15 \quad P = (n_{TS} + n_{MHET} + n_{BHET}) / n_{PET}.$$

Dabei ist **n_{PET}** die Stoffmenge an Wiederholungseinheiten der folgenden Struktur (**Ξ**) in dem in Schritt (b) eingesetzten **PET**:



20

(**Ξ**)

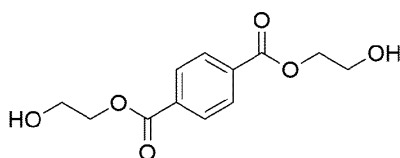
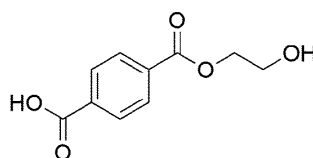
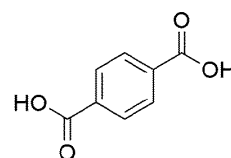
n_{TS} ist die Stoffmenge an **TS**, die sich von Beginn des Schrittes (b) bis zum Zeitpunkt **t_b** in Schritt (b) gebildet haben.

25 **n_{MHET}** ist die Stoffmenge an **MHET**, die sich von Beginn des Schrittes (b) bis zum Zeitpunkt **t_b** in Schritt (b) gebildet haben.

n_{BHET} ist die Stoffmenge an **BHET**, die sich von Beginn des Schrittes (b) bis zum Zeitpunkt **t_b** in Schritt (b) gebildet haben.

30

Die Strukturen der Verbindungen **BHET**, **MHET**, **TS** sind wie folgt:

**BHET****MHET****TS**

„MHET“ umfasst auch das entsprechende Carboxylat der gezeigten Struktur.

„TS“ umfasst auch das entsprechende Mono- und Dicarboxylat der gezeigten Struktur.

- Die Umsetzung in Schritt (b) wird dabei insbesondere bei einer Temperatur von mindestens 100 °C, bevorzugt bei einer Temperatur im Bereich von ≥ 100 °C bis ≤ 197 °C, bevorzugter bei einer Temperatur im Bereich von ≥ 130 °C bis ≤ 197 °C, bevorzugter bei einer Temperatur im Bereich von ≥ 150 °C bis ≤ 197 °C, bevorzugter bei einer Temperatur im Bereich von ≥ 175 °C bis ≤ 197 °C durchgeführt.
- 10 Die Umsetzung in Schritt (b) wird bevorzugt bei der Siedetemperatur des Glykols, durchgeführt. Noch bevorzugter wird Glykol dabei refluxiert, das heißt Glykol wird aus der Umsetzung verdampft, kondensiert und dann wieder in die Umsetzung rückgeführt. Diese Refluxierung kann mit dem Fachmann geläufigen Mitteln eingestellt werden, beispielsweise in einer Destillationsapparatur.
- 15 Das Gesamtgewicht des im Verfahren eingesetzten M_A -Glykolat bezogen auf das Gesamtgewicht des im Verfahren eingesetzten **PETs** liegt insbesondere im Bereich von 0.1 bis 100 Gew.-%, bevorzugt im Bereich von 0.5 bis 80 Gew.-%, bevorzugter im Bereich von 1.0 bis 50 Gew.-%, bevorzugter im Bereich von 1.5 bis 25 Gew.-%, bevorzugter im Bereich von 2.0 bis 10 Gew.-%, bevorzugter im Bereich von 2.5 bis 6.0 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 3.5 bis 5.0 Gew.-%, am
- 20 bevorzugtesten bei 3.9 Gew.-%.

Die Umsetzung kann mit dem Fachmann geläufigen Geräten erfolgen.

- Nach Beendigung des Schrittes (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird eine Mischung M_1 erhalten, in der das molare Verhältnis η der Stoffmenge von **BHET** (n_{BHET}) zur Summe der Stoffmengen von **MHET** und **TS** ($n_{\text{MHET}} + n_{\text{TS}}$) im Bereich 1 : 1 bis 1000 : 1, bevorzugt 2 : 1 bis 500 : 100, bevorzugter 4 : 1 bis 300 : 1, noch bevorzugter 10 : 1 bis 100 : 1, noch mehr bevorzugter 13 : 1 bis 60 : 1, noch mehr bevorzugter 13 : 1 bis 24 : 1 liegt.

- 30 $\eta = n_{\text{BHET}} / (n_{\text{MHET}} + n_{\text{TS}})$

2.3 Bevorzugter Schritt (c)

- In einem bevorzugten, weiteren Schritt (c) wird **BHET** mindestens teilweise aus M_1 abgetrennt. Dies erfolgt noch bevorzugter durch Kristallisation und/oder Destillation. Noch bevorzugter wird
- 35 **BHET** in Schritt (c) aus M_1 abfiltriert und dann auskristallisiert.

3. Verfahren zum Recycling von PET

Das im erfindungsgemäßen Verfahren in der Mischung M_1 erhaltene **BHET** wird bevorzugt in einem Verfahren zum Recycling von Polyethylenterephthalat in einem Schritt (ζ) zu **PET** polymerisiert.

Diese Polymerisierung ist dem Fachmann als „Polykondensation“ bekannt und z.B. in EP 0 723 951 A1 und von Th. Rieckmann und S. Völker in Kapitel 2 „Poly(Ethylen Terephthalate) Polymerization – Mechanism, Catalysis, Kinetics, Mass Transfer and Reactor Design“ auf Seite 92 des Buches „Modern Polyesters: Chemistry and Technology of Polyesters and Copolyesters. Edited by J. Scheirs and T. E. Long, 2003, John Wiley & Sons, Ltd ISBN: 0-471-49856-4“ beschrieben.

Insbesondere wird dazu **BHET** im Schritt (ζ) in Gegenwart von Katalysatoren, bei denen es sich insbesondere um Katalysatoren, die aus der Gruppe bestehend aus Antimonverbindungen, bevorzugt Sb_2O_3 ausgewählt sind, handelt, wieder zu **PET** polymerisiert.

Bevorzugt wird die Polymerisierung von **BHET** zu **PET** in Schritt (ζ) mindestens bei der Siedetemperatur des Glykols durchgeführt. Insbesondere wird während der Polymerisierung in Schritt (ζ) Glykol aus dem Reaktionsgemisch entfernt, um das Reaktionsgleichgewicht auf die Seite des Polymers **PET** zu verschieben.

Bevorzugter wird die Polymerisierung von **BHET** zu **PET** in Schritt (ζ) bei der Siedetemperatur des Glykols durchgeführt. Noch bevorzugter wird dann während der Polymerisierung in Schritt (ζ) Glykol aus dem Reaktionsgemisch entfernt, um das Reaktionsgleichgewicht auf die Seite des Polymers **PET** zu verschieben.

Dies wird insbesondere durch Destillation bei einem Druck < 1 bar, bevorzugt 0.1 mbar bei der gleichzeitigen Siedetemperatur des Glykols beim jeweiligen Druck erreicht.

Beispiele

1. Erfinderisches Beispiel E1:

1.1 Herstellung der glykolischen Natriumglykolatösung durch Elektrolyse

1.1.1 Versuchsaufbau

Die elektrolytische Gewinnung von Natriumglykolat wurde in einer Dreikammer-Elektrolysezelle durchgeführt.

Die Mittelkammer war durch ein Filtertuch von der Anodenkammer und durch eine 15 x 15 cm Nasicon-Keramik von der Kathodenkammer abgetrennt.

Als Anode wurde eine DSA-Anode [„*dimensionally stable anode*“; mit Rutheniumoxid/ Iridiumoxid beschichtete Titananode ($\text{RuO}_2 + \text{IrO}_2 / \text{Ti}$)] verwendet, die Kathode bestand aus VA-Stahl (VA bedeutet „rostfrei“, Edelstahl).

Es wurden ein Potentiostat Gamry Reference 3000 (AE) und Reference 30K Booster als Spannungsquelle eingesetzt.

Die Kathodenkammer der Elektrolysezelle war mit einem 250 ml-beheizbaren Doppelmantelgefäß mit Magnetrührer verbunden, aus dem über eine Peristaltikpumpe Elektrolyt über eine Leitfähigkeitsmessstelle und einen weiteren 100 ml-Wärmetauscher aus Glas in die Kathodenkammer der Elektrolysezelle gepumpt werden konnte. Von dort konnte der Katholyt wieder in das Doppelmantelgefäß zurückgepumpt werden. Der Katholyt wurde demnach im Kreis gefahren.

Über einen Thermostaten mit PT 100 Sensor (Platinsensor, der bei einer Temperatur von 0 °C einen Nennwiderstand von 100 Ω aufweist) und einen Wärmetauscher konnte die Temperatur des kathodenseitigen Elektrolyten gemessen bzw. eingestellt werden.

Die Mittelkammer der Elektrolysezelle war mit einem Vorratsgefäß verbunden, aus dem über eine Peristaltikpumpe Elektrolyt in die Mittelkammer, dann über das Filtertuch in die Anodenkammer, und von dort über eine pH-Messstelle in ein Sammelgefäß gepumpt werden konnte.

Über einen Thermostaten mit PT 100 Sensor bzw. Wärmetauscher konnte die Temperatur des anodenseitigen Elektrolyten gemessen bzw. eingestellt werden. Der Anolyt wurde nicht im Kreis gefahren.

1.1.2 Versuchsdurchführung:

- Der Thermostat für die Kathodenseite wurde auf 90 °C eingestellt und gestartet. Es wurden 650 g 1 Gew.-%ige Natriumglykolatlösung in das beheizbare Doppelmantelgefäß eingefüllt und die
- 5 Peristaltik Pumpe gestartet (Fördermenge 1000 ml/h), dadurch wurde die Natriumglykolatlösung durch eine Leitfähigkeitsmessstelle und einen weiteren Wärmetauscher in die Kathodenkammer der Elektrolysezelle gepumpt. Aus der Kathodenkammer floss dann das Glykolat wieder in den Doppelmantel. Das Glykolat und die Kammer wurden so auf 90 °C temperiert. Der Thermostat für die NaCl-Seite wurde auf 105 °C gestellt und die Peristaltik Pumpe für die NaCl-Sole gestartet
- 10 (Fördermenge 4000 ml/h). Die 20 Gew.-%-ige NaCl-Sole mit pH 11 aus einem Vorratsgefäß wurde durch einen Wärmetauscher in die Mittelkammer der Elektrolysezelle gepumpt. Von da floss sie durch das Filtertuch in die Anodenkammer und dann aus der Zelle in eine pH Meßstelle und dann in das Sammelgefäß. Die NaCl-Sole wurde nicht im Kreis gefahren. Als die Kathodenkammer auf 90 °C erhitzt war und die Anodenseite an der pH-Messstelle eine Temperatur von 80 °C aufwies,
- 15 wurde der Strom der Elektrolysezelle angeschaltet. Dafür wurde der Potentiostat in den galvanostatischen Betrieb geschaltet. Die Stromstärke wurde auf 10 Ampere fest eingestellt und die Spannung entsprechend geregelt. Dann wurden die Leitfähigkeitsmessung für das Glykolat und die pH Messung der NaCl Sole aufgezeichnet.
- 20 Alle 20 Sekunden wurden Strom, Spannung, Temperatur des Glykolats, Leitfähigkeit des Glykolats, pH der Sole und Temperatur der Sole aufgezeichnet. Der entstehende Wasserstoff und das entstehende Chlor wurden abgesaugt. Das Chlor wurde in Gaswaschflaschen mit NaOH neutralisiert.
- 25 Die Elektrolyse wurde 4 h durchgeführt. Dann wurde der Strom abgeschaltet und die Zelle komplett geleert.

Die Natriumglykolatlösung wies eine Konzentration ~ 20 Gew.-% auf.

30 1.2 Depolymerisierung **PET** mit glykolischer Natriumglykolatlösung aus der Elektrolyse

- Im erfindungsgemäßen Verfahren wurden 100 g **PET** in einem Autoklaven mit 800 g Ethylenglykol vorgelegt. Die Lösung wurde anschließend unter Rühren auf 150 °C erhitzt. Sobald die Temperatur von 150 °C erreicht war, wurden 19.5 g 20%-ige Natriumglykolat-Lösung in Ethylenglykol
- 35 (entsprechend 0.046 mol) aus der Elektrolyse hinzugefügt. Die Reaktion wurde über fünf Stunden durchgeführt und der Reaktorausatz nach dem Abkühlen untersucht. Der erhaltene Umsatz an **BHET** (1) und Mono-2-hydroxyethylterephthalsäure (= „**MHET**“) (2) sowie Terephthalsäure (= „**TS**“) (3) ist in der Abbildung 8 dargestellt (bestimmt durch Gaschromatographie; in % Umsatz bezogen auf die Wiederholungseinheit der Struktur (**Ξ**) des eingesetzten **PETs**; dünne Schraffierung „**////**“).

2. Vergleichsbeispiel V1:

- In einem Vergleichsversuch wurden 100 g **PET** in einem Autoklaven mit 800 g Ethylenglykol vorgelegt. Die Lösung wurde anschließend unter Rühren auf 150 °C erhitzt. Die Reaktion wird über
5 fünf Stunden durchgeführt und der Reaktorausstrag nach dem Abkühlen untersucht. Der erhaltene Umsatz an **BHET** (1) und **MHET** (2) sowie **TS** (3) ist in der Abbildung 8 dargestellt (schwarz, „■“).

3. Vergleichsbeispiel V2:

- 10 In einem Vergleichsversuch werden 100 g **PET** in einem Autoklaven mit 800 g Ethylenglykol vorgelegt. Die Lösung wurde anschließend unter Rühren auf 150 °C erhitzt. Sobald die Temperatur von 150 °C erreicht war, wurden 3.7 g 50%-ige NaOH-Lösung in Wasser (entsprechend 0.046 mol) hinzugefügt. Die Reaktion wurde über fünf Stunden durchgeführt und der Reaktorausstrag nach dem Abkühlen untersucht. Der erhaltene Umsatz an **BHET** (1) und **MHET** (2) sowie **TS** (3) ist in
15 der Abbildung 8 dargestellt (fette Schraffierung: „////“).

4. Ergebnis

- Der Vergleich des Gehalts an **BHET**, **MHET** und **TS** im depolymerisierten Produkt im
20 erfinderischen Beispiel **E1** und den Vergleichsbeispielen **V1**, **V2** zeigt (siehe Fig. 8), dass bei der Depolymerisierung unter Einsatz der elektrolytisch erhaltenen glykolischen Natriumglykolatlösung ein höherer Anteil an **BHET** erhalten wird. Dies ist vorteilhaft, da dadurch mehr Produkt zur Verfügung steht, welches direkt in einer Polykondensation zu neuem Produkt **PET** umgesetzt werden kann.

6. Referenzzeichen in den Abbildungen

Elektrolysezelle	E	<1>
Anodenkammer	K _A	<11>
Zulauf	Z _{KA}	<110>
Ablauf	A _{KA}	<111>
Innenraum	I _{KA}	<112>
anodische Elektrode	E _A	<113>
Kathodenkammer	K _K	<12>
Zulauf	Z _{KK}	<120>
Ablauf	A _{KK}	<121>
Innenraum	I _{KK}	<122>
kathodische Elektrode	E _K	<123>
Mittelkammer	K _M	<13>
Zulauf	Z _{KM}	<130>
Ablauf	A _{KM}	<131>
Innenraum	I _{KM}	<132>
Diffusionsbarriere	D	<14>
Verbindung	V _{AM}	<15>
Trennwand	W	<16>
Seite	S _{KK}	<161>
Seite	S _{AMK}	<162>
Oberfläche	O _{KK}	<163>
Oberfläche	O _{AMK}	<164>
Trennelement	T	<17>
Teil eines Trennelements		<171>
Teil eines Trennelements		<172>
Festelektrolytkeramik	F _A	<18>
Festelektrolytkeramik	F _B	<19>
Festelektrolytkeramik	F _C	<28>
Festelektrolytkeramik	F _D	<29>
Festelektrolytkeramiken	F _E , F _F , F _G , F _H , F _I	<30>, <31>, <32>, <33>, <34>
Rahmenelement	R	<20>
Rahmenteil		<201>
Rahmenteil		<202>
Dichtung	Di	<40>
Scharnier		<50>

Schloss		<60>
Außenwand	W_A	<80>
Lösung umfassend M_A -Glykolat in Glykol	L_1	<21>
Lösung umfassend Glykol	L_2	<22>
neutrale oder alkalische, wässrige Lösung eines Salzes S umfassend M_A als Kation	L_3	<23>
wässrige Lösung von S , wobei $[S]_{L4} < [S]_{L3}$.	L_4	<24>

Patentansprüche

1. Verfahren zur Depolymerisierung von Polyethylterephthalat **PET**, umfassend die folgenden Schritte:

5

(a) Herstellung einer Lösung L_1 <21> von M_A -Glykolat in Glykol, wobei M_A ein Alkalimetallkation ist, in einer Elektrolysezelle **E** <1>, umfassend

10

- mindestens eine Anodenkammer K_A <11> mit mindestens einem Zulauf Z_{KA} <110>, mindestens einem Ablauf A_{KA} <111> und einem Innenraum I_{KA} <112>, der eine anodische Elektrode E_A <113> umfasst,

15

- mindestens eine Kathodenkammer K_K <12> mit mindestens einem Zulauf Z_{KK} <120>, mindestens einem Ablauf A_{KK} <121> und einem Innenraum I_{KK} <122>, der eine kathodische Elektrode E_K <123> umfasst,

20

- und gegebenenfalls mindestens eine dazwischen liegende Mittelkammer K_M <13> mit mindestens einem Zulauf Z_{KM} <130>, mindestens einem Ablauf A_{KM} <131> und einem Innenraum I_{KM} <132>, wobei dann I_{KA} <112> und I_{KM} <132> durch eine Diffusionsbarriere **D** <14> voneinander abgetrennt sind, und A_{KM} <131> durch eine Verbindung V_{AM} <15> mit dem Zulauf Z_{KA} <110> verbunden ist, so dass durch die Verbindung V_{AM} <15> Flüssigkeit aus I_{KM} <132> in I_{KA} <112> geleitet werden kann,

25 wobei

- in den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** <1> keine Mittelkammer K_M <13> umfasst, I_{KA} <112> und I_{KK} <122> durch eine Trennwand **W** <16> voneinander abgetrennt sind,
- in den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** <1> mindestens eine Mittelkammer K_M <13> umfasst, I_{KK} <122> und I_{KM} <132> durch eine Trennwand **W** <16> voneinander abgetrennt sind,

30

wobei die Trennwand **W** <16> eine Seite S_{KK} <161> mit der Oberfläche O_{KK} <163> und eine der Seite S_{KK} <161> gegenüberliegende Seite S_{AMK} <162> mit der Oberfläche O_{AMK} <164> aufweist, wobei die Trennwand **W** <16> mindestens eine alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik F_A <18> dergestalt umfasst, dass die von der Trennwand **W** <16> umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik F_A <18> den Innenraum I_{KK} <122> auf der Seite S_{KK} <161> über die Oberfläche O_{KK} <163> direkt kontaktiert,

35

40 und wobei

- in den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** <1> keine Mittelkammer **K_M** <13> umfasst, die von der Trennwand **W** <16> umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** <18> den Innenraum **I_{KA}** <112> auf der Seite **S_{AMK}** <162> über die Oberfläche **O_{AMK}** <164> direkt kontaktiert,

5

- in den Fällen, in denen die Elektrolysezelle **E** <1> mindestens eine Mittelkammer **K_M** <13> umfasst, die von der Trennwand **W** <16> umfasste alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik **F_A** <18> den Innenraum **I_{KM}** <132> auf der Seite **S_{AMK}** <162> über die Oberfläche **O_{AMK}** <164> direkt kontaktiert,

10

(α) wobei in der Elektrolysezelle **E** <1>, wenn diese keine Mittelkammer **K_M** <13> umfasst, die folgenden, gleichzeitig ablaufenden Schritte (α1), (α2), (α3) durchgeführt werden:

(α1) eine Lösung **L₂** <22> umfassend Glykol wird durch **I_{KK}** <122> geleitet,

15

(α2) eine neutrale oder alkalische, wässrige Lösung **L₃** <23> eines Salzes **S** umfassend **M_A** als Kation wird durch **I_{KA}** <112> geleitet,

(α3) zwischen **E_A** <113> und **E_K** <123> wird Spannung angelegt,

20

oder

(β) wobei in der Elektrolysezelle **E** <1>, wenn diese mindestens eine Mittelkammer **K_M** <13> umfasst, die folgenden, gleichzeitig ablaufenden Schritte (β1), (β2), (β3) durchgeführt werden:

25

(β1) eine Lösung **L₂** <22> umfassend Glykol wird durch **I_{KK}** <122> geleitet,

(β2) eine neutrale oder alkalische, wässrige Lösung **L₃** <23> eines Salzes **S** umfassend **M_A** als Kation wird durch **I_{KM}** <132>, dann über **V_{AM}** <15>, dann durch **I_{KA}** <112> geleitet,

30

(β3) zwischen **E_A** <113> und **E_K** <123> wird Spannung angelegt,

wodurch am Ablauf **A_{KK}** <121> die Lösung **L₁** <21> erhalten wird, wobei die Konzentration von **M_A**-Glykolat in **L₁** <21> höher ist als in **L₂** <22>,

35

und wodurch am Ablauf **A_{KA}** <111> eine wässrige Lösung **L₄** <24> von **S** erhalten wird, wobei die Konzentration von **S** in **L₄** <24> geringer ist als in **L₃** <23>;

(b) Umsetzung der Lösung L_1 <21> mit **PET** zu einer Mischung M_1 umfassend Bis-2-hydroxyethylterephthalat **BHET**.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die alkalikationenleitende Festelektrolytkeramik F_A <18> eine

5 Struktur der Formel $M^I_{1+2w+x-y+z} M^{II}_w M^{III}_x Zr^{IV}_{2-w-x-y} M^V_y (SiO_4)_z (PO_4)_{3-z}$ aufweist,

wobei M^I ausgewählt aus Na^+ , Li^+ ist,

M^{II} ein zweiwertiges Metallkation ist,

M^{III} ein dreiwertiges Metallkation ist,

10 M^V ein fünfwertiges Metallkation ist,

die römischen Indizes I, II, III, IV, V die Oxidationszahlen angeben, in der die jeweiligen Metallkationen vorliegen,

und w , x , y , z reelle Zahlen sind, wobei gilt, dass $0 \leq x < 2$, $0 \leq y < 2$, $0 \leq w < 2$, $0 \leq z < 3$,

15 und wobei w , x , y , z so gewählt werden, dass $1 + 2w + x - y + z \geq 0$ und $2 - w - x - y \geq 0$ gilt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Elektrolysezelle E <1> keine Mittelkammer K_M <13> umfasst.

20 4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Elektrolysezelle E <1> mindestens eine Mittelkammer K_M <13> umfasst.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei M_A aus der Gruppe bestehend aus Kalium, Natrium ausgewählt ist.

25

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei Schritt (b) so lange durchgeführt wird, bis sich mindestens $P = 10\%$ des in Schritt (b) eingesetzten **PETs** umgesetzt haben.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei Schritt (b) bei der Siedetemperatur des Glykols durchgeführt wird.

30

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei in Schritt (b) so viel Lösung L_1 <21> eingesetzt wird, dass das Gesamtgewicht des in Schritt (b) eingesetzten M_A -Glykolats bezogen auf das Gesamtgewicht des in Schritt (b) eingesetzten **PETs** im Bereich von 0.1 bis 100 Gew.-% liegt.

35

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei **BHET** in einem weiteren Schritt (c) mindestens teilweise aus M_1 abgetrennt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei die mindestens teilweise Abtrennung von **BHET** aus M_1 in Schritt (c) durch Kristallisation und/oder Destillation erfolgt.

40

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, wobei das **PET** mindestens einem Vorbehandlungsschritt ausgewählt aus chemischen Vorbehandlungsschritt, Zerkleinerungsschritt unterworfen wird, bevor es in Schritt (b) eingesetzt wird.
- 5
12. Verfahren zum Recycling von Polyethylenterephthalat, in welchem mit einem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11 **BHET** erhalten wird und in einem Schritt (ζ) das so erhaltene **BHET** zu **PET** polymerisiert wird.
- 10
13. Verfahren nach Anspruch 12, wobei die Polymerisierung von **BHET** zu **PET** in Schritt (ζ) bei mindestens der Siedetemperatur des Glykols durchgeführt wird.
14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, wobei die Polymerisierung in Schritt (ζ) in Gegenwart eines Katalysators durchgeführt wird.
- 15
15. Verfahren nach Anspruch 14, wobei der Katalysator aus der Gruppe bestehend aus Antimonverbindungen ausgewählt ist.