



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 601 05 982 T2 2005.10.20**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 262 464 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **601 05 982.4**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **01 202 026.9**

(96) Europäischer Anmeldetag: **29.05.2001**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **04.12.2002**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **29.09.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **20.10.2005**

(51) Int Cl.⁷: **C04B 22/12**
C04B 24/00

(73) Patentinhaber:
**3M Innovative Properties Co., Saint Paul, Minn.,
US**

(74) Vertreter:
derzeit kein Vertreter bestellt

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE, TR**

(72) Erfinder:
**Dams, Rudi, B 1831 Diegem, BE; Rinke, Volker, B
1831 Diegem, BE**

(54) Bezeichnung: **Mörtelpulver vermischt mit einer fluorchemischen Zusammensetzung**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

1. Gebiet der Erfindung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Mörtelpulver zur Herstellung von Mörtel beim Vermischen mit Wasser. Die vorliegende Erfindung betrifft insbesondere Mörtelpulver, das mit einer fluorchemischen Verbindung gemischt wurde.

2. Hintergrund der Erfindung

[0002] Zwischenräume zwischen Fliesen, die an einer Wand oder auf einem Boden angebracht werden sollen, werden bekanntlich gewöhnlich mit Mörtel gefüllt, der durch Mischen von Mörtelpulver mit Wasser hergestellt wird. Aufgrund des Vorhandenseins von Zementpulver härtet der Mörtel beim Trocknen, haftet effizient und füllt den Raum zwischen den Fliesen aus. Zur Verbesserung des Schmutzabweisungseffektes können die Fliesen auf der Oberfläche mit einer fluorchemischen Verbindung behandelt worden sein, die der Fliesenoberfläche Wasser- und Öl-abweisende Eigenschaften verleiht. Dies ist beispielsweise von besonderem Interesse für Badezimmer-Fliesen. Es wurde beispielsweise die Verwendung eines fluorchemischen Silans zur Behandlung beispielsweise der Oberflächen von Fliesen offenbart, damit diese wie beispielsweise in US 5,608,003, US 5,442,011, US 5,550,184 und US 5,274,159 beschrieben öl- und wasserabweisend gemacht werden.

[0003] Die Fliesenoberfläche wird zwar dadurch wasser-, öl- und schmutzabweisend gemacht, jedoch nehmen die Mörtelräume zwischen ihnen, wenn sie unbehandelt bleiben, Schmutz auf, so dass die Vorteile der behandelten Fliesen etwas reduziert werden. Folglich wurde bereits vorgeschlagen, auch die Oberfläche des Mörtels zwischen den Fliesen mit einer fluorchemischen Verbindung zu behandeln, damit auch der Mörtel abweisende Eigenschaften erhält. GB 2,218,097 und US 5,209,775 offenbaren zum Beispiel die Behandlung von Fliesen sowie von gehärteten Zementmaterialien oder der Oberfläche eines Mörtels mit einer fluorchemischen Silanverbindung.

[0004] Diese Behandlungen der Mörteloberfläche sind zwar effizient, jedoch lässt die Haltbarkeit der Behandlung noch zu wünschen übrig und muss weiter verbessert werden. Auch ist das Behandeln eines Mörtels, der einen Raum zwischen den Fliesen füllt, sehr arbeitsaufwändig und daher teuer.

[0005] Man möchte daher gerne dem Mörtel öl- und/oder wasserabweisende Eigenschaften sowie schmutzabweisende Eigenschaften auf eine kostengünstige Weise mit verbesserter Haltbarkeit zu verleihen.

3. Zusammenfassung der Erfindung

[0006] Man hat jetzt entdeckt, dass durch Mischen einer fluorchemischen Verbindung mit dem Mörtelpulver, aus dem der Mörtel gewöhnlich durch Mischen des Pulvers mit Wasser hergestellt wird, auf billige und geeignete Weise ein Mörtel erhalten werden kann, der wünschenswerte öl-, wasser- und/oder schmutzabweisende Eigenschaften hat. Insbesondere ist keine gesonderte zusätzliche Behandlung nach seinem Einbringen beispielsweise zwischen Fliesen zum Füllen der dazwischen befindlichen Zwischenräume mehr nötig. Zudem wird die Haltbarkeit der Behandlung gegenüber der Behandlung der Oberfläche des Mörtels mit der gleichen fluorchemischen Verbindung verbessert. Obwohl die fluorchemische Verbindung zwar in die Masse des Mörtelpulvers eingemischt wird, und es daher erwartet wird, dass sie verglichen mit einer topischen Behandlung des Mörtels mit der fluorchemischen Verbindung in geringeren Mengen an der Oberfläche verfügbar ist, werden jedoch überraschenderweise nur geringe Mengen der fluorchemischen Verbindung benötigt, und die Haftung des Mörtels zwischen den Fliesen wird daher nicht beeinträchtigt.

[0007] Die Erfindung betrifft somit in einem Aspekt Mörtelpulver zum Vermischen mit Wasser, so dass man einen Mörtel erhält, wobei das Mörtelpulver Zementpulver umfasst, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens eine der Komponenten des Mörtelpulvers auf ihrer Oberfläche mit einer fluorchemischen Verbindung behandelt worden ist.

[0008] Die Erfindung betrifft noch weiter ein Verfahren zur Herstellung des Mörtelpulvers, wobei das Verfahren das Behandeln von mindestens einer der Komponenten des Mörtelpulvers mit einer fluorchemischen Verbindung umfasst.

4. Eingehende Beschreibung

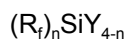
[0009] Die fluorchemische Verbindung zur Verwendung mit der Erfindung ist gewöhnlich eine Verbindung, die eine oder mehrere fluorierte Gruppen hat, die einwertig oder mehrwertig, wie beispielsweise zweiwertig, sein kann. Die fluorchemische Verbindung kann eine polymere, oligomere oder eine einfache fluorierte organische Verbindung sein. Beispiele für fluorierte Gruppen umfassen insbesondere fluoraliphatische Gruppen, die stabil, inert, vorzugsweise gesättigt und nicht polar sind, sowie fluorierte Polyether-Gruppen. Die fluoraliphatische Gruppe kann geradkettig, verzweigt-kettig oder Kombinationen davon sein, und sie kann ein oder mehrere Heteroatome, wie Sauerstoff, zwei- oder sechswertigen Schwefel oder Stickstoff enthalten. Die fluorierte(n) Gruppe(n) ist/sind vorzugsweise vollständig fluoriert, jedoch können Wasserstoff- oder Chloratome als Substituenten zugegen sein, wenn nicht mehr als ein Atom dieser beiden alle zwei Kohlenstoffatome vorkommt. Geeignete fluorierte Gruppen haben gewöhnlich mindestens 3 und bis zu 18 Kohlenstoffatome, vorzugsweise 3 bis 14, insbesondere 4 bis 10 Kohlenstoffatome, und enthalten vorzugsweise etwa 40% bis etwa 80 Gew.% Fluor, stärker bevorzugt etwa 50% bis etwa 79 Gew.% Fluor. Der terminale Bereich der fluorierten Gruppe ist gewöhnlich eine perfluorierte Einheit, die vorzugsweise mindestens 7 Fluoratome enthält, beispielsweise $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2-$, $(\text{CF}_3)_2\text{CF}-$, F_sSCF_2- . Die bevorzugten fluorierten Gruppen sind vollständig oder im Wesentlichen fluoriert und beinhalten solche perfluorierten aliphatischen Reste der Formel $\text{C}_n\text{F}_{2n+1}-$, wobei n 3 bis 18, insbesondere 4 bis 10 ist.

[0010] Beispiele für geeignete fluorchemische Verbindungen umfassen beispielsweise fluorierte Gruppen enthaltende Urethane, Harnstoffe, Ester, Amine (und deren Salze), Amide, Acide (und deren Salze), Carbodiimide, Guanidine, Allophanate, Biurets, Oxazolidinone und andere Substanzen, die eine oder mehrere fluorierte Gruppen enthalten, sowie Gemische und Gemenge davon. Diese Mittel sind dem Fachmann gut bekannt, siehe beispielsweise Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3. Aufl., Bd. 24, S. 448–451 und viele sind im Handel als gebrauchsfertige Formulierungen erhältlich. Geeignete fluorchemische Verbindungen können Polymere sein, die mehrere fluorierte Gruppen enthalten, wie Polymere von fluorchemischen Acrylat- und/oder Methacrylat-Monomeren mit copolymerisierbaren nicht-fluorierten Monomeren. Zu diesen Verbindungen gehören zum Beispiel diejenigen, die in US 3,330,812, US 3,341,497, US 3,318,852, US 4,013,627 und WO 9916809 beschrieben sind. Weitere Beispiele für erfindungsgemäß geeignete fluorchemische Verbindungen, umfassen solche, die durch Umsetzen von fluorierten, beispielsweise perfluoraliphatischen organischen Verbindungen, die ein aktives Wasserstoffatom enthalten, mit Diisocyanaten gebildet werden, so dass man Polyurethane erhält, die eine fluorierte Gruppe tragen. Solche Reaktionsprodukte sind beispielsweise in US 3,398,182 beschrieben. Eine weitere Gruppe fluorchemischer Verbindungen sind fluorierte Reste enthaltende N-Methylolecondensationsprodukte. Diese Verbindungen sind in US 4,477,498 beschrieben. Weitere Beispiele umfassen fluorierte Reste enthaltende Polycarbodiimide, die beispielsweise durch Umsetzen von perfluoraliphatischen Sulfonamidoalkanolen mit Polyisocyanaten in Gegenwart von geeigneten Katalysatoren erhalten werden können.

[0011] Weitere Beispiele für fluorchemische Verbindungen umfassen fluorierte Carboxylate, wie beispielsweise in US 4,681,790 beschrieben, oder fluorierte Phosphate, wie in US 3,094,547 beschrieben.

[0012] Die fluorchemischen Verbindungen zum Vermischen mit dem Mörtelpulver umfassen Verbindungen, die eine oder mehrere Gruppe enthalten, die mit einer oder mehreren Komponenten des Mörtelpulvers reagieren können, sowie Verbindungen, die keine solche reaktive Gruppen enthalten. Die fluorchemische Verbindung umfasst vorzugsweise mindestens eine Gruppe, die mit einer oder mehreren Komponenten des Mörtelpulvers reagieren können, wie beispielsweise eine Silan- oder Säure-Gruppe. Eine besonders geeignete Gruppe, die diese Reaktion durchführen kann, ist eine Silylgruppe, die eine oder mehrere hydrolyisierbare Gruppen hat.

[0013] Beispiele für fluorchemische Verbindungen, die mit dem Mörtelpulver oder einer seiner Komponenten reagieren können, umfassen solche, die durch die Formel I dargestellt werden können:

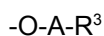


wobei R_f für einen fluorierten organischen Rest steht, beispielsweise wie oben beschrieben, n gleich 1 oder 2 ist, und Y einen Alkylrest, Arylrest oder einen hydrolyisierbaren Rest veranschaulicht. Die Reste Y können jeweils gleich oder verschieden sein, und mindestens ein Rest Y ist ein hydrolyisierbarer Rest. Der Rest Y kann beispielsweise ein C_1 - C_{30} -Alkylrest sein, der gerad- oder verzweigt-kettig sein kann, und der eine oder mehrere aliphatische, cyclische Kohlenwasserstoff-Strukturen, einen C_6 - C_{20} -Arylrest (der gegebenenfalls durch einen oder mehrere Substituenten, ausgewählt aus Halogenen und C_1 - C_4 -Alkylresten substituiert ist) oder einen C_7 - C_{20} -Aralkylrest umfassen kann.

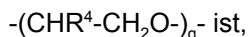
[0014] Geeignete hydrolysierbare Gruppen umfassen solche, die gewöhnlich unter geeigneten Bedingungen im Gemisch mit dem Mörtelpulver oder einer seiner Komponenten, beispielsweise unter wässrigen, sauren oder basischen Bedingungen, hydrolysieren kann, so dass die fluorchemische Silanverbindung Kondensationsreaktionen durchlaufen kann. Die hydrolysierbaren Gruppen können bei Hydrolyse vorzugsweise Gruppen ergeben, die Kondensationsreaktionen durchlaufen können, wie Silanolgruppen.

[0015] Beispiele für hydrolysierbare Gruppen umfassen Halogenidgruppen, wie Chlor-, Brom-, Iod-, oder Fluor-, Alkoxyreste -OR' (wobei R' einen Niederalkylrest, vorzugsweise mit 1 bis 6, stärker bevorzugt 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, darstellt, und der gegebenenfalls durch ein oder mehrere Halogenatome substituiert sein kann), Acylreste, Acyloxyreste, -O(CO)-R" (wobei R" einen Niederalkylrest darstellt, der vorzugsweise 1 bis 6, stärker bevorzugt 1 bis 4 Kohlenstoffatome, umfasst, und der gegebenenfalls durch ein oder mehrere Halogenatome substituiert sein kann), Aryloxyreste -OR"" (wobei R"" eine Aryleinheit darstellt, die vorzugsweise 6 bis 12, stärker bevorzugt 6 bis 10 Kohlenstoffatome, enthält, die gegebenenfalls durch einen oder mehrere Substituenten substituiert sein können, die unabhängig voneinander ausgewählt sind aus Halogenen, und C₁-C₄-Alkylresten, die gegebenenfalls durch ein oder mehrere Halogenatome substituiert sein können). In den vorstehenden Formeln können R', R" und R"" verzweigte Strukturen umfassen.

[0016] Geeignete hydrolysierbare Gruppen beinhalten auch Polyoxyalkylenreste der Formel



, wobei A ein zweiwertiger hydrophiler Rest der Formel



wobei q eine Zahl mit einem Wert von 1 bis 40, vorzugsweise 2 bis 10, ist, R⁴ ein Wasserstoff oder Methyl ist, und mindestens 70% von R⁴ Wasserstoff ist, und R³ unabhängig Wasserstoff oder ein Niederalkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist, wie in US-A-5,274,159 offenbart ist. Spezifische Beispiele für hydrolysierbare Gruppen umfassen Methoxy-, Ethoxy- und Propoxygruppen, Chlor und eine Acetoxygruppen. Besonders bevorzugte hydrolysierbare Gruppen beinhalten C₁-C₄-Alkoxyreste, wie Methoxy und Ethoxygruppen.

[0017] Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform entspricht R_i in der Formel I der Formel II:



wobei X eine organische Verbindungsgruppe oder eine chemische Bindung darstellt. Die zweiwertige Verbindungsgruppe X kann lineare, verzweigte oder cyclische Strukturen umfassen, die gesättigt oder ungesättigt sein können. Die Gruppe X ist gewöhnlich nicht fluoriert und kann ein oder mehrere Heteroatome (beispielsweise Sauerstoff, Stickstoff oder Schwefel) oder funktionelle Gruppen (beispielsweise Carbonyl, Amido, Urethanylen oder Sulfonamido) enthalten. Die zweiwertige Verbindungsgruppe X ist vorzugsweise ein Kohlenwasserstoffrest, vorzugsweise ein linearer Kohlenwasserstoffrest, der gegebenenfalls Heteroatome oder funktionelle Gruppen enthält, und der stärker bevorzugt mindestens eine funktionelle Gruppe enthält. Beispiele für X-Gruppen umfassen -C(O)NH(CH₂)₃-, -CH₂O(CH₂)₃-, -CH₂OC(O)N(R)(CH₂)₃-, wobei R H oder ein Niederalkylrest und -(C_nH_{2n})- ist, wobei n etwa 2 bis etwa 6 ist. Eine bevorzugte Verbindungsgruppe X ist -C(O)NH(CH₂)₃- und -OC(O)NH(CH₂)₃-.

[0018] Bei einer Ausführungsform stellt R^a_f einen perfluorierten aliphatischen Rest mit mindestens 3 Kohlenstoffatomen dar. Bei einer weiteren Ausführungsform stellt R^a_f einen partiell oder vollständig fluorierten (d.h. alle C-H-Bindungen sind durch C-F-Bindungen ersetzt) Polyetherrest mit perfluorierten Wiederholungseinheiten dar, die aus der folgenden Gruppe ausgewählt sind: -(C_nF_{2n})-, -(C_nF_{2n}O)-, -(CF(Z))-, -(CF(Z)O)-, -(CF(Z)C_nF_{2n}O)-, -(C_nF_{2n}CF(Z)O)-, -(CF₂CF(Z)O)- und deren Kombinationen. In diesen Wiederholungseinheiten ist Z ein Perfluoralkylrest, ein sauerstoffs-substituierter Perfluoralkylrest, ein Perfluoralkoxyrest oder ein sauerstoffs-substituierter Perfluoralkoxyrest, die jeweils linear, verzweigt oder cyclisch sein können und vorzugsweise etwa 1 bis etwa 9 Kohlenstoffatome und 0 bis etwa 4 Sauerstoffatome haben können. Die endständigen Gruppen können beispielsweise (C_nF_{2n+1})-, (C_nF_{2n+1}O)- oder (X'C_nF_{2n}O)- sein, wobei X' H, Cl oder Br ist. Diese endständigen Gruppen sind vorzugsweise perfluoriert. In diesen Wiederholungseinheiten oder endständigen Gruppen ist n 1 oder mehr und vorzugsweise 1 bis 4. Besonders bevorzugte ungefähre Durchschnittsstrukturen für eine Perfluorpolyethergruppe umfassen C₃F₇O(CF(CF₃)CF₂O)_pCF(CF₃)- und CF₃O(C₂F₄O)_pCF₂-, wobei ein Mittelwert für p 1 bis etwa 50 ist. Beispiele für Polyfluorpolyether, die aus diesen Wiederholungseinheiten hergestellt sind, sind in US-Patent Nr. 5,306,758 (Pellerite) offenbart.

[0019] Bei noch einer weiteren Ausführungsform stellt R_f^a ein fluoriertes Oligomer der Formel $M_s^f M_t^h$ dar, wobei M^f Einheiten veranschaulicht, die von einem fluorierten Monomer hergeleitet sind, M^h Einheiten veranschaulicht, die von nicht-fluorierten Monomeren hergeleitet sind, s einen Wert von 1 bis 40 veranschaulicht, t einen Wert von 0 bis 40 veranschaulicht, und die Summe von s und t mindestens 2 ist.

[0020] Die Einheiten M^f sind gewöhnlich von fluorchemischen Monomeren hergeleitet, die der folgenden Formel entsprechen:



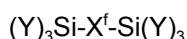
wobei R_f^b eine fluoraliphatische Gruppe darstellt, die mindestens 3 Kohlenstoffatome oder eine fluorierte Polyethergruppe darstellt. Q stellt eine organische zweiwertige Verbindungsgruppe dar, und E^1 stellt eine frei-radikalische polymerisierbare Gruppe dar. Fluorchemische Monomere $R_f^b-Q-E^1$ sind oben beschrieben, und Verfahren zu deren Herstellung sind bekannt und z.B. offenbart in US-Patent Nr. 2,803,615. Beispiele für diese Verbindungen umfassen allgemeine Klassen fluorchemischer Acrylate, Methacrylate, Vinylether, und Allylverbindungen, die fluorierte Sulfonamidogruppen enthalten, Acrylate oder Methacrylate, die von fluorchemischen Telomer-Alkoholen hergeleitet sind, Acrylate oder Methacrylate, die von fluorchemischen Carbonsäuren hergeleitet sind, und Perfluoralkylacrylate oder Methacrylate, wie sie in EP-A-526976 offenbart sind. Fluorierte Polyetheracrylate oder Methacrylate sind in US-Patent Nr. 4,085,137 beschrieben.

[0021] Die Einheiten M^h werden gewöhnlich von einem nicht-fluorierten Monomer, vorzugsweise einem Monomer, das aus einer polymerisierbaren Gruppe und einer Kohlenwasserstoff-Einheit besteht, hergeleitet. Kohlenwasserstoff-Gruppen enthaltende Monomere sind gut bekannt und im Allgemeinen im Handel erhältlich. Geeignete Kohlenwasserstoff enthaltende Monomere umfassen solche der Formel:



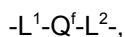
wobei R^h einen Kohlenwasserstoffrest darstellt, Q^1 eine zweiwertige Verbindungsgruppe darstellt, s gleich 0 oder 1 ist und E^2 eine frei-radikalische polymerisierbare Gruppe ist. Beispiele für Verbindungsgruppen Q^1 umfassen Oxy, Carbonyl, Carbonyloxy, Carbonamido, Sulfonamido, Oxyalkylen und Poly(oxyalkylen). Beispiele für nicht-fluorierte Monomere aus denen die Einheiten M^h abgeleitet werden können, umfassen allgemeine Klassen ethylenischer Verbindungen, die zur frei-radikalischen Polymerisation fähig sind.

[0022] Fluorchemische Verbindungen mit einer zweiwertigen fluorierten organischen Gruppe umfassen beispielsweise diejenigen der folgenden Formel:



wobei Y für einen Alkylrest oder einen hydrolysierbaren Rest steht, wie vorstehend beschrieben, und X^f ein fluorierter oder perfluorierter organischer zweiwertiger Rest ist.

[0023] In einer besonders bevorzugten Ausführungsform entspricht X^f der Formel:



wobei L^1 und L^2 jeweils unabhängig eine organische zweiwertige Verbindungsgruppe oder eine chemische Bindung bedeuten, und Q^f für einen perfluorierten aliphatischen Rest mit mindestens 3 Kohlenstoffatomen steht. Beispiele für Q^f umfassen zweiwertigen Polyfluorpolyether, der lineare, verzweigte und/oder cyclische Strukturen umfassen kann, die gesättigt oder ungesättigt sein können und mit einem oder mehreren Sauerstoffatomen substituiert sein können. Q^f ist vorzugsweise ein perfluorierter Rest (d.h. sämtliche C-H-Bindungen sind durch C-F-Bindungen ersetzt). Es enthält stärker bevorzugt perfluorierte Wiederholungseinheiten, ausgewählt aus der folgenden Gruppe $-(C_nF_{2n})-$, $-(C_nF_{2n}O)-$, $-(CF(Z))-$, $-(CF(Z)O)-$, $-(CF(Z)C_nF_{2n}O)-$, $-(C_nF_{2n}CF(Z)O)-$, $-(CF_2CF(Z)O)-$ und deren Kombinationen, wobei die Wiederholungseinheiten statistisch, blockartig oder alternativ angeordnet sein können.

[0024] Bei diesen Wiederholungseinheiten ist Z eine Perfluoralkylgruppe, eine sauerstoffsubstituierte Perfluoralkylgruppe, eine Perfluoralkoxygruppe oder eine sauerstoffsubstituierte Perfluoralkoxygruppe, die jeweils linear, verzweigt oder zyklisch sein können und vorzugsweise 1 bis etwa 9 Kohlenstoffatome und 0 bis etwa 4 Sauerstoffatome haben. Beispiele für Polyfluorpolyether mit polymeren Einheiten, die aus diesen Wiederholungseinheiten hergestellt sind, sind in US-Patent Nr. 5,306,758 (Pellerite) beschrieben.

[0025] Bevorzugte angenäherte Durchschnittsstrukturen für eine zweiwertige Perfluorpolyethergruppe, umfassen $-\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{O})_m(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_p\text{CF}_2-$, wobei ein Durchschnittswert für m von 0 bis etwa 50 und ein Durchschnittswert für p von 0 bis etwa 50 reicht, mit der Maßgabe, dass sowohl m als auch p nicht gleichzeitig 0 sind, $-\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}(\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{O})_p\text{CF}(\text{CF}_3)-$, $-\text{CF}_2\text{O}(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_p\text{CF}_2-$ und $-(\text{CF}_2)_3\text{O}(\text{C}_4\text{F}_8\text{O})_p(\text{CF}_2)_3-$, wobei ein Durchschnittswert für p 3 bis etwa 50 ist. Die durch m und p gekennzeichneten Wiederholungseinheiten können statistisch, blockartig oder abwechselnd angeordnet sein. Von diesen sind besonders bevorzugte angenäherte Durchschnittsstrukturen $-\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{O})_m(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_p\text{CF}_2-$, $-\text{CF}_2\text{O}(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_p\text{CF}_2-$ und $-\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}(\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{O})_p\text{CF}(\text{CF}_3)-$. Diese Strukturen umfassen wie synthetisiert gewöhnlich ein Gemisch von polymeren Einheiten. Die ungefähre Durchschnittsstruktur ist der ungefähre Durchschnitt des Gemischs der Strukturen. Die zweiwertigen Verbindungsgruppen L^1 und L^2 können gleich oder verschieden sein und können lineare, verzweigte oder cyclische Strukturen umfassen, die gesättigt oder ungesättigt sein können und vorzugsweise 1 bis 15 Atome enthalten. Die Gruppen L^1 und L^2 können ein oder mehrere Heteroatome enthalten (beispielsweise Sauerstoff, Stickstoff oder Schwefel) und/oder eine oder mehrere funktionelle Gruppen (beispielsweise Carbonyl, Amido, Urethanylen oder Sulfonamido). Sie können ebenfalls mit einem oder mehreren Halogenatomen (vorzugsweise Fluoratomen) substituiert sein, obwohl dies weniger gewünscht ist, da dies zu einer Instabilität der Verbindung führen kann. Die zweiwertigen Verbindungsgruppen L^1 und L^2 sind vorzugsweise gegenüber Hydrolyse stabil.

[0026] L^1 und L^2 können beispielsweise eine gesättigte oder ungesättigte Kohlenwasserstoffgruppe sein, die gewöhnlich 1 bis 15 Kohlenstoffatome enthält. L^1 und L^2 sind vorzugsweise lineare Kohlenwasserstoffgruppen, die vorzugsweise 1 bis 10 Kohlenstoffatome enthalten und gegebenenfalls 1 bis 4 Heteroatome und/oder 1 bis 4 funktionelle Gruppe enthalten und stärker bevorzugt mindestens eine funktionelle Gruppe enthalten.

[0027] Beispiele für L^1 - und L^2 -Gruppen beinhalten $-\text{C}(\text{O})\text{NH}(\text{CH}_2)_3-$, $-\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_3-$, $-\text{OC}(\text{O})\text{NH}(\text{CH}_2)_3-$ und $-\text{CH}_2\text{OC}(\text{O})\text{N}(\text{R})(\text{CH}_2)_3-$, wobei R H oder eine Niederalkylgruppe (vorzugsweise mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, wie Methyl, Ethyl, n- und Isopropyl und n- und Isobutyl) und $-(\text{C}_n\text{H}_2)_n-$ ist, wobei n etwa 2 bis etwa 6 ist. Bevorzugte L^1 - und L^2 -Verbindungsgruppen sind $-\text{C}(\text{O})\text{NH}(\text{CH}_2)_3-$ und $-\text{OC}(\text{O})\text{NH}(\text{CH}_2)_3-$.

[0028] Fluorchemische Verbindungen, die sich zur Verwendung in dem Mörtelpulver eignen, haben gewöhnlich ein (zahlengemitteltes) Molekulargewicht von mindestens 400 und vorzugsweise mindestens etwa 500. Sie sind vorzugsweise nicht größer als etwa 100000.

[0029] Die fluorchemische Verbindung kann als Lösung oder Dispersion in einem oder mehreren organischen Lösungsmitteln verwendet werden. Geeignete organische Lösungsmittel oder Gemische von Lösungsmitteln können aus aliphatischen Alkoholen (vorzugsweise mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen), wie Methanol, Ethanol, Isopropylalkohol; Ketonen, wie Aceton oder Methylethylketon; Estern, wie Essigsäureethylester, Ameisensäuremethylester, Ethern, wie Diethylether, und Alkanen, wie Heptan, ausgewählt werden. Gemische von Lösungsmitteln können verwendet werden. Besonders bevorzugte Lösungsmittel umfassen Ethanol und Aceton.

[0030] Fluorierte Lösungsmittel können in Kombination mit den organischen Lösungsmitteln verwendet werden, damit die Löslichkeit der fluorchemischen Verbindung verbessert wird. Beispiele für fluorierte Lösungsmittel beinhalten fluorierte Kohlenwasserstoffe, wie Perfluorhexan oder Perfluoroctan, die von 3M erhältlich sind; partiell fluorierte Kohlenwasserstoffe, wie Pentafluorbutan, das von Solvay erhältlich ist, oder $\text{CF}_3\text{CFHCFHCF}_2\text{CF}_3$, das von DuPont erhältlich ist; Hydrofluorether, wie Methylperfluorbutylether oder Ethylperfluorbutylether, die von 3M erhältlich sind.

[0031] Verschiedene Gemische dieser Materialien mit organischen Lösungsmitteln können verwendet werden.

[0032] Die fluorchemische Zusammensetzung kann weitere Additive beinhalten. In dem Falle, dass die fluorchemische Verbindung beispielsweise ein fluorchemisches Silan ist, enthält die Zusammensetzung gewöhnlich Wasser, damit die Reaktion des fluorchemischen Silans mit der Oberfläche von einer oder mehreren Komponenten des Mörtelpulvers erleichtert wird, obwohl die Feuchtigkeit in dem Pulver oder in der Luft auch ausreichen kann. Die Wassermenge liegt vorzugsweise zwischen 0,1 und 20 Gew.%, stärker bevorzugt zwischen 1 und 10 Gew.%. Neben dem Wasser kann eine Zusammensetzung, die ein fluorchemisches Silan enthält, ebenfalls eine organische oder anorganische Säure oder eine Base enthalten. Organische Säuren umfassen Essigsäure, Citronensäure, Ameisensäure und dergleichen; fluorierte organische Säuren, wie $\text{CF}_3\text{SO}_3\text{H}$, $\text{C}_3\text{F}_7\text{COOH}$, $\text{C}_7\text{F}_{15}\text{COOH}$, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COOH}$ oder $\text{C}_7\text{F}_{15}\text{O}(\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{O})_{10-30}\text{CF}(\text{CF}_3)\text{COOH}$, die im Handel von DuPont erhältlich sind. Beispiele für anorganische Säuren umfassen Schwefelsäure, Salzsäure und dergleichen. Beispiele für geeignete Basen umfassen Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid und Triethylamin.

Die Säure oder Base ist in der Zusammensetzung gewöhnlich in einer Menge zwischen etwa 0,01 und 10%, stärker bevorzugt zwischen 0,05 und 5 Gew.% zugegen.

[0033] Mörtelpulver zum Vermischen mit Wasser zur Herstellung eines Mörtels, umfasst gewöhnlich Zement, wie Portland-Zement, in Mengen zwischen etwa 30% und 50 Gew.% und Quarz in Mengen zwischen 50% und 70 Gew.%. Andere Additive, wie Glaskügelchen, Epoxyharze, Silikonharze und Acrylharze können ebenfalls zugesetzt werden. Die Additive werden gewöhnlich in Mengen zwischen etwa 0 und 10 Gew.%, vorzugsweise zwischen 0 und 5 Gew.% verwendet. Das Mörtelpulver zum Vermischen mit Wasser, so dass man einen Mörtel erhält, kann mit einer fluorchemischen Verbindung behandelt oder gemischt werden, indem die fluorchemische Verbindung mit dem Mörtelpulver gemischt wird, oder indem sie mit einer oder mehreren ihrer Komponenten gemischt wird und dann diese Komponenten mit den anderen Komponenten des Mörtelpulvers vermischt werden. Bei dem erhaltenen Mörtelpulver ist die fluorchemische Verbindung gewöhnlich über die Masse des Mörtelpulvers verteilt.

[0034] Gemäß einer Ausführungsform zur Herstellung des Mörtelpulvers kann somit die fluorchemische Verbindung, die im Lösungsmittel gelöst oder dispergiert ist, und die gegebenenfalls Wasser und Säure oder Base enthält, mit dem trockenen Mörtelpulver gemischt werden. Das Gemisch des Mörtelpulvers und der fluorchemischen Verbindung kann üblicherweise bei einer Temperatur zwischen etwa 30°C und 150°C, vorzugsweise bei einer Temperatur zwischen 60°C und 120°C, und für eine so große Zeitspanne getrocknet werden, dass das Mörtelpulver getrocknet wird.

[0035] Bei einem alternativen Weg kann die fluorchemische Verbindung, die vorzugsweise im Lösungsmittel gelöst oder dispergiert ist und gegebenenfalls Wasser und Säure oder Base enthält, mit einer Komponente gemischt werden, die ein Bestandteil des fertigen Mörtelpulvers ist. Diese Komponente wird dann mit den anderen Komponenten des Mörtelpulvers gemischt, so dass das Mörtelpulver erhalten wird, das mit der fluorchemischen Verbindung gemischt ist. Das Gemisch der Mörtelkomponente und der fluorchemischen Verbindung kann bei einer Temperatur zwischen etwa 30°C und 150°C, vorzugsweise bei einer Temperatur zwischen 60°C und 120°C, und für eine so große Zeitspanne getrocknet werden, dass die Komponente getrocknet wird. Geeignete Mörtelkomponenten, die so mit der fluorchemischen Verbindung gemischt oder behandelt werden können, umfassen beispielsweise Quarz, Zement oder bestimmte Additive des Mörtelpulvers wie Glaskügelchen.

[0036] Zur Gewinnung des fertigen Mörtels beispielsweise zum Füllen der Räume zwischen Keramikfliesen wird das Mörtelpulver gewöhnlich mit Wasser vermischt.

[0037] Die Menge der fluorchemischen Verbindung, die gewöhnlich in dem Mörtelpulver erfindungsgemäß zugegen ist, ist so gewählt, dass dem daraus erzeugten fertigen Mörtel hinreichend hohe öl- und wasserabweisende Eigenschaften und/oder schmutzabweisende Eigenschaften verliehen werden. Diese Menge ist gewöhnlich derart, dass 0,01 bis etwa 5 Gew.%, vorzugsweise 0,05 bis etwa 3 Gew.%, bezogen auf das Gewicht des Mörtelpulvers an fluorchemischer Verbindung in dem Mörtelpulver zugegen ist. Die Menge an fluorchemischer Verbindung wird vorzugsweise unter 5% gehalten, damit vermieden wird, dass der Mörtel selbst zu abweisend wird und/oder dass Haftungsprobleme zwischen dem Mörtel und dem Substrat auftreten. Die Menge, die hinreicht, dass die gewünschten Eigenschaften verliehen werden, kann empirisch bestimmt werden und kann nötigenfalls oder wunschgemäß erhöht werden. Die in dem Mörtelpulver verwendete Menge der fluorchemischen Verbindung ist gewöhnlich derart, dass die Menge zur Erzeugung eines Mörtels hinreicht, der wasser- und ölabweisend ist, so dass der Mörtel bei 20°C mit destilliertem Wasser einen Kontaktwinkel von mindestens 70° hat, und mit n-Hexadekan einen Kontaktwinkel von mindestens 30° hat, gemessen nach dem Trocknen und Härten des Mörtels.

[0038] Die fluorchemische Verbindung kann zusammen mit weiteren Additiven verwendet werden, die dem Mörtel zusätzliche vorteilhafte Eigenschaften verleihen, wie antimikrobielle oder fungizide Eigenschaften. Beispiele umfassen $C_{18}H_{37}N^+(CH_3)(CH_2)_3Si(OCH_3)_3C_1^-$. Die Zugabe von Ionenadditiven wird vorzugsweise unter etwa 10 Gew.% gehalten, damit die wasserabweisenden Eigenschaften der Zusammensetzung nicht beeinträchtigt werden. Die Verwendung der fluorchemischen Verbindung in dem Mörtelpulver führt dazu, dass der Mörtel den Schmutz weniger zurückhält und er sich aufgrund der öl- und wasserabweisenden Natur des Mörtels leichter reinigen lässt. Diese wünschenswerten Eigenschaften werden trotz der längeren Einwirkung oder Verwendung und wiederholter Reinigungen wegen des hohen Haltbarkeitsgrades des behandelten Mörtels aufrecht erhalten, wie sie durch die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen erhalten werden können.

[0039] Das Gemisch aus Mörtelpulver, das die fluorchemische Verbindung umfasst, und Wasser kann auf einfache Weise mit einem Spatel oder einer Fugenkelle zwischen vorgeleimte Fliesen gebracht werden. Etwa 30

min nach dem Aufbringen des Mörtelgemischs kann der Mörtelüberschuss gewöhnlich mit einem nassen Schwamm entfernt werden. Die Fliesen und der halbtrocknete Mörtel können anschließend mit einem feuchten Lappen abgewischt werden, damit die Fliesen das ursprüngliche ästhetische Aussehen wieder erhalten und die Mörtelfüllung geglättet wird. Nach dem Trocknen für 24 Std. bei Raumtemperatur kann die Mörtelfüllung als fertig angesehen werden.

[0040] Das Mörtelpulver wird vorzugsweise zum Füllen von Räumen zwischen Fliesen, insbesondere Keramikfliesen, verwendet, die mit einer fluorchemischen Verbindung behandelt wurden oder werden, und zwar insbesondere mit fluorchemischen Verbindungen, die eine oder mehrere Silylgruppen haben, wie die vorstehend beschriebenen Silylgruppen enthaltenden Verbindungen. Demzufolge kann eine haltbare öl- und wasserabweisende Wirkung über die gesamte Oberfläche auf geeignete und billige Weise erzielt werden.

BEISPIELE

[0041] Die folgenden Beispiele veranschaulichen die Erfindung weiter, ohne dass es jedoch beabsichtigt wird, die Erfindung darauf einzuschränken. Sämtliche Teile sind wenn nicht anders angegeben auf das Gewicht bezogen.

Abkürzungen

HFE-7100: Methylperfluorbutylether, erhältlich von 3M

FC-1: 60%ige Lösung von N-Methyl-N-[3-trichlorsilyl]propyl]-perfluoroctylsulfonamid in Ethanol, im Wesentlichen hergestellt nach GB 2218097, Beispiel 1.

FC-2: 30%ige Lösung von fluorchemischem Acrylat-Copolymer in Ethylacetat/Heptan, hergestellt durch Umsetzen von N-Methylperfluoroctylsulfonamidoethylmethacrylat mit Octadecylmethacrylat in einem Verhältnis von 65/35. Die Polymerisationsreaktion erfolgte unter Stickstoffatmosphäre in einem Lösungsmittel-Gemisch von Ethylacetat/Heptan 70/30 bei 30% Feststoffen, wobei AIBN als Starter verwendet wurde.

FC-3: 30%ige Lösung von fluorchemischem Urethan (PAPI/N-Ethylperfluoroctylsulfonamidoethylalkohol/2-Ethylhexanol 9,8/27,1/3,1) in Ethylacetat, hergestellt wie folgt: die Reagenzien wurden in einem Dreihalskolben mit Rührer, Heizmantel, Thermometer und Kühler in einem wie oben angegebenen Verhältnis vorgelegt. Ethylacetat wurde zugegeben, so dass ein 30% Feststoffgemisch erhalten wurde. Das Reaktionsgemisch wurde unter einer Stickstoffatmosphäre auf 50°C erhitzt. DBTDL-Katalysator wurde zugegeben, und das Gemisch wurde auf Rückfluss erhitzt, bis sämtliches Isocyanat umgesetzt worden war.

FC-4: 2%ige Lösung eines Copolymers von Perfluorheptylmethylmethacrylat/Acrylsäure 98/2, in HFE 7100, im Wesentlichen hergestellt nach WO 9916809, Beispiel 12.

FC-5: Fluorchemisches Polyetherdisilan, hergestellt durch Umsetzen von Perfluorpolyetherdiester $\text{CH}_3\text{OC}(\text{O})\text{CF}_2(\text{CF}_2\text{O})_{9,11}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_{9,11}\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{OCH}_3$ (mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht von etwa 2000), im Handel erhältlich von Ausimont, Italien, unter der Handelsbezeichnung Z-DEAL, mit 3-Aminopropyltrimethoxysilan, erhältlich von Aldrich Company Co., wie es in US 3,810,874 (Mitsch et al.), Tabelle 1, Zeile 6, gelehrt wird. Die exotherme Reaktion verlief leicht bei Raumtemperatur, indem die Ausgangsmaterialien einfach gemischt wurden. Der Fortschritt der Reaktion wurde durch Infrarotanalyse überwacht.

PAPI: polyaromatisches Polymethylenpolyisocyanat, erhältlich von Dow Chemical.

Aufbringen des Mörtels

[0042] Ein Gemisch aus Mörtelpulver, das die fluorchemische Verbindung enthielt, und Wasser wurde mit einem Spatel zwischen die von Jasba erhältlichen vorgeleimten Fliesen gebracht. Nach 30 min wurde überschüssiger Mörtel mit einem feuchten Lappen entfernt. Der Mörtel konnte bei Raumtemperatur während 24 Std. trocknen. Der getrocknete Mörtel wurde 20 Mal mit einem feuchten Scotch-Brite-Schwamm abgerieben.

Kontaktwinkel

[0043] Der getrocknete Mörtel wurde auf wasser- und ölabweisende Eigenschaften getestet, indem die Kontaktwinkel mit einem Olympus TGHM-Goniometer jeweils gegen Wasser (W) bzw. n-Hexadekan (O) gemessen wurden. Die Kontaktwinkel wurden vor ("anfangs") und direkt nach dem 20 maligen Abreiben mit einem Scotch-Brite™-Schwamm ("Abrieb") gemessen. Die Werte waren die Mittelwerte von 4 Messungen und wurden in Grad angegeben. Der messbare Mindestwert für einen Kontaktwinkel betrug 20. Ein Wert <20 bedeutete, dass sich die Flüssigkeit auf der Oberfläche verteilte. Ein Kontaktwinkel mit destilliertem Wasser von mindestens 70° zeigte eine gute wasserabweisende Wirkung an; ein Kontaktwinkel mit n-Hexadekan von mindes-

tens 30° zeigte eine gute ölabweisende Wirkung an.

BEISPIELE

Beispiele 1 bis 3 und Vergleichsbeispiele C-1 bis C3

[0044] In Beispiel 1 wurde 100 g trockenes Mörtelpulver aus 40% Portland-Zement und 60% Quarz mit 100 g fluorchemischer Zusammensetzung aus 2 g FC-1, 3 g Essigsäure, 10 g Wasser und 85 g Ethanol gemischt. In den Beispielen 2 und 3 wurden 100 g Mörtelpulver aus 40% Portland-Zement und 60% Quarz mit 3 g FC-3 (Bsp. 2) oder 3 g FC-2 (Bsp. 3), gelöst in 20 g Ethylacetat, gemischt. Nach dem Mischen wurden die Mörtelpulver bei 120°C während 15 min gemischt. Wasser wurde hinzu gegeben und der Mörtel wurde gerührt, so dass ein homogenes koagulatfreies Gemisch erhalten wurde. Vergleichsbeispiel C-1 wurde mit Mörtel hergestellt, der keine fluorchemische Verbindung enthielt (Gemisch aus 40% Portland-Zement und 60% Quarz und Wasser). Jedes der Mörtelgemische wurde nach dem allgemeinen Verfahren zwischen vorgeleimte Fliesen gebracht. Der Mörtel konnte während 24 Std. bei Raumtemperatur trocknen.

[0045] Bei den Vergleichsbeispielen C-2 und C-3 wurde der Mörtel auf die gleiche Weise wie bei Vergleichsbeispiel C-1 hergestellt, d.h. es wurde keine fluorchemische Verbindung in den Mörtel gemischt, jedoch wurde der getrocknete und gehärtete Mörtel einer topischen Behandlung mit einer fluorchemischen Verbindung unterworfen. Daher wurde der getrocknete unbehandelte Mörtel wie er gemäß dem Vergleichsbeispiel 1 hergestellt wurde, mit einem Gemisch behandelt, das 3% FC-1, 3% Essigsäure, 10% Wasser und 84% Ethanol enthielt, und zwar mittels Pinsel-Aufbringung mit etwa 100 ml/m² (Vergleichsbeispiel 2). Bei Vergleichsbeispiel C-3 wurde FC-4 anstelle von FC-1 verwendet. Der topisch behandelte Mörtel konnte 24 Std. bei Raumtemperatur trocknen.

[0046] Der Mörtel der Beispiele und Vergleichsbeispiele wurde 20 Mal mit einem feuchten Scotch-Brite-Schwamm abgerieben. Die Kontaktwinkel wurden vor und nach dem Abreiben gemessen. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1: Kontaktwinkel von Mörtel aus mit fluorchemischer Verbindung gemischtem Mörtelpulver

Bsp.	fluorchemische Verbindung	Kontaktwinkel (°)			
		anfangs, Wasser	anfangs, Hexadekan	Abrieb, Wasser	Abrieb, Hexadekan
1	FC-1	95	60	85	55
2	FC-3	90	68	80	60
3	FC-2	80	65	70	50
C-1	/	<20	<20	<20	<20
C-2	FC-1 (top. Behandlung)	95	65	50	25
C-3	FC-4 (top. Behandlung)	110	68	55	22

[0047] Die Ergebnisse zeigen der Tabelle 1 zufolge, dass sich Mörtel mit hohen öl- und wasserabweisenden Eigenschaften herstellen ließ, wenn das Mörtelpulver mit einer fluorchemischen Verbindung behandelt worden war. Es wurden nicht nur hohe anfängliche öl- und wasserabweisende Eigenschaften erhalten, sondern auch nach dem Abreiben eine hohe Haltbarkeit der Behandlung. Unbehandelter Mörtel zeigte keinerlei öl- und/oder wasserabweisenden Eigenschaften. Eine topische Behandlung mit fluorchemischen Verbindungen verleiht dem Mörtel gute anfängliche öl- und wasserabweisende Eigenschaften. Die Leistung sinkt jedoch nach dem Abreiben, was eine niedrige Haltbarkeit der Behandlung anzeigt.

Beispiele 4 und 5

[0048] In Beispiel 4 wurden 100 g trockener Quarz mit 100 g eines Gemischs aus 2% FC-1, 3% Essigsäure, 10% Wasser und 85% Ethanol behandelt. In Beispiel 5 wurden 100 g trockener Quarz mit 3 g FC-3, gelöst in 20 g Ethylacetat, behandelt. Die Gemische wurden mit einem Spatel während 5 min gemischt und während 15 min bei 120°C getrocknet. 60 g behandelter Quarz wurden mit 40 g Portland-Zement gemischt. 20–30 g Wasser wurden zugegeben, und die Verbindungen wurden mit einem Spatel gemischt, so dass eine homogene Zusammensetzung erhalten wurde. Der Mörtel wurde zwischen vorgeleimte Fliesen gebracht und gemäß dem allgemeinen Verfahren getrocknet. Der getrocknete Mörtel wurde auf öl- und wasserabweisende Eigenschaften vor und nach dem Abreiben bewertet. Die Ergebnisse der Kontaktwinkel sind in der Tabelle 2 angegeben.

Tabelle 2: Kontaktwinkel von Mörtel aus Mörtelpulver aus mit fluorchemischer Verbindung behandeltem Quarz

Bsp.	fluorchemische Verbindung	Kontaktwinkel (°)			
		anfangs, Wasser	anfangs, Hexadekan	Abrieb, Wasser	Abrieb, Hexadekan
4	FC-1	96	65	70	52
5	FC-3	80	55	65	45

[0049] Die Ergebnisse in der Tabelle 2 zeigen, dass Mörtelpulver, das aus mit fluorchemischer Verbindung behandeltem Quarz und unbehandeltem Portland-Zement hergestellt wurde, eine Mörtelzusammensetzung ergab, die hohe öl- und wasserabweisende Eigenschaften aufwies, und zwar nicht nur zu Beginn, sondern auch nach dem Abreiben. Es wurden Zusammensetzungen mit lang haltbare öl- und wasserabweisende Eigenschaften hergestellt.

Beispiel 6

[0050] In Beispiel 6 wurden 100 g Portland-Zement mit 100 g einer Zusammensetzung gemischt, die 2% FC-1, 3% Essigsäure, 10% Wasser und 85% Ethanol enthielt. Nach fünfminütigem Mischen wurde der Zement während 15 min bei 120°C getrocknet. 40 g des behandelten Zementes wurde mit 60 g unbehandeltem Quarz gemischt. 20 bis 30 g Wasser wurden zugegeben, und die Verbindungen wurden mit einem Spatel gemischt, so dass eine homogene Zusammensetzung erhalten wurde. Der Mörtel wurde zwischen vorgeleimte Fliesen gebracht und gemäß dem allgemeinen Verfahren getrocknet. Der getrocknete Mörtel wurde auf öl- und wasserabweisende Eigenschaften vor und nach dem Abreiben untersucht. Die Ergebnisse der Kontaktwinkel sind in der Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3: Kontaktwinkel von Mörtel aus Mörtelpulver aus mit einer fluorchemischen Verbindung behandeltem Portland-Zement

Bsp.	fluorchemische Verbindung	Kontaktwinkel (°)			
		anfangs, Wasser	anfangs, Hexadekan	Abrieb, Wasser	Abrieb, Hexadekan
6	FC-1	85	60	70	50

[0051] Die Ergebnisse zeigen, dass Mörtel, hergestellt aus einem Mörtelpulver mit Portland-Zement, der mit einem fluorchemischen Behandlungsmittel behandelt worden war, nicht nur anfangs sondern auch nach dem Abreiben hohe öl- und wasserabweisende Eigenschaften aufwies.

Beispiele 7 und 8

[0052] In Beispiel 7 wurden 10 g Glaskügelchen mit 100 g einer Lösung aus 2% FC-1, 3% Essigsäure, 10% Wasser und 85% Ethanol gemischt. In Beispiel 8 wurde FC-4 auf 100 Feststoffe getrocknet; 3 g Feststoffe wurden in 20 g HFE 7100 wieder aufgelöst. Diese Lösung wurde mit 10 g Glaskügelchen gemischt. Nach dem Mischen für 5 min wurden die Glaskügelchen während 15 min bei 120°C getrocknet. 5 g der behandelten Glaskügelchen wurden mit 100 g Mörtelpulver gemischt, das 40% Portland-Zement und 60% Quarz enthält. Nach

der Zugabe von Wasser und Mischen zur Gewinnung einer homogenen Zusammensetzung wurde der Mörtel gemäß dem allgemeinen Verfahren aufgebracht. Der getrocknete Mörtel wurde auf öl- und wasserabweisende Eigenschaften untersucht. Die vor und nach dem Abreiben gemessenen Kontaktwinkel sind in der Tabelle 4 aufgezeichnet.

Tabelle 4: Kontaktwinkel von Mörtel aus Mörtelpulver aus mit fluorchemischer Verbindung behandelten Glaskügelchen

Bsp.	fluorchemische Verbindung	Kontaktwinkel (°)			
		anfangs, Wasser	anfangs, Hexadekan	Abrieb, Wasser	Abrieb, Hexadekan
7	FC-1	95	60	80	50
8	FC-4	98	63	80	54

[0053] Die Ergebnisse zeigen, dass Mörtel mit hohen anfänglichen öl- und wasserabweisenden Eigenschaften sowie nach dem Abreiben erhalten werden konnte, wenn das Mörtelpulver mit Glaskügelchen gemischt wurde, die mit einer fluorchemischen Verbindung behandelt worden waren.

Beispiel 9 und 10

[0054] In Beispiel 9 wurden 100 g trockenes Mörtelpulver, das 40% Portland-Zement und 60% Quarz enthielt, mit 1 g FC-5, gelöst in 100 g HFE, gemischt. Nach dem fünfminütigen Mischen mit einem Spatel wurde das getrocknete Mörtelpulver während 15 min bei 120°C getrocknet. In Beispiel 10 wurden 100 g trockener Quarz mit 1 g FC-5, gelöst in 100 g HFE, gemischt. Nach dem fünfminütigen Mischen wurde der behandelte Quarz während 5 min bei 120°C getrocknet. 60 g behandelte Quarz wurde mit 40 g Portland-Zement gemischt, so dass ein Mörtelpulver erhalten wurde. Wasser wurde zu den Mörtelpulvern der Beispiele 9 und 10 gegeben, und die Zusammensetzungen wurden gemischt, so dass ein homogener Mörtel erhalten wurde. Der Mörtel wurde zwischen vorgeleimte Fliesen gebracht und gemäß dem allgemeinen Verfahren getrocknet. Der getrocknete Mörtel wurde auf öl- und wasserabweisende Eigenschaften vor und nach dem Abreiben untersucht. Die Ergebnisse der Kontaktwinkel sind in der Tabelle 5 angegeben.

Tabelle 5: Kontaktwinkel von Mörtel aus mit fluorchemischer Verbindung behandeltem Mörtelpulver oder aus mit fluorchemischer Verbindung behandeltem Quarz

Bsp.	Behandelte Verbindung	Kontaktwinkel (°)			
		anfangs, Wasser	anfangs, Hexadekan	Abrieb, Wasser	Abrieb, Hexadekan
9	Mörtelpulver	92	44	90	30
10	Quarz	90	57	78	35

[0055] Aus den Ergebnissen geht hervor, dass ein Mörtel mit guten öl- und wasserabweisenden Eigenschaften erhalten werden konnte.

Patentansprüche

1. Mörtelpulver zum Vermischen mit Wasser, so dass man einen Mörtel erhält, wobei das Mörtelpulver Zementpulver umfasst, **dadurch gekennzeichnet**, dass mindestens eine der Komponenten des Mörtelpulvers auf ihrer Oberfläche mit einer fluorchemischen Verbindung behandelt worden ist.

2. Mörtelpulver nach Anspruch 1, wobei das Zementpulver mit der fluorchemischen Verbindung oberflächenbehandelt ist.

3. Mörtelpulver nach Anspruch 2, das zudem Quarzteilchen umfasst, die gegebenenfalls mit der fluorchemischen Verbindung oberflächenbehandelt sind.

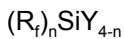
4. Mörtelpulver nach einem der vorhergehenden Ansprüche, das zudem Glasperlen umfasst, die gegebenenfalls mit der fluorchemischen Verbindung oberflächenbehandelt sind.

5. Mörtelpulver nach einem der vorhergehenden Ansprüche, das die fluorchemische Verbindung in einer Menge von 0,05 bis 5 Gew.%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mörtelpulvers, enthält.

6. Mörtelpulver nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die fluorchemische Verbindung eine funktionelle Gruppe besitzt, die mit der Oberfläche von einer oder mehreren Komponenten des Mörtelpulvers reagieren kann.

7. Mörtelpulver nach Anspruch 6, wobei die funktionelle Gruppe eine Säuregruppe oder eine Silangruppe ist.

8. Mörtelpulver nach Anspruch 7, wobei die fluorchemische Verbindung der Formel:



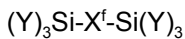
entspricht, wobei R_f für einen fluorierten organischen Rest steht, Y einen Alkylrest, Arylrest oder einen hydrolysierbaren Rest veranschaulicht, die Reste Y jeweils gleich oder verschieden sind, und mindestens ein Rest Y ein hydrolysierbarer Rest ist, und n gleich 1 oder 2 ist.

9. Mörtelpulver nach Anspruch 8, wobei R_f der Formel:



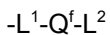
entspricht, wobei X eine organische Verbindungsgruppe oder eine chemische Bindung darstellt, R_f^a einen perfluorierten aliphatischen Rest mit mindestens 3 Kohlenstoffatomen, einen perfluorierten oder partiell fluorierten Polyether oder ein fluoriertes Oligomer der Formel $M_s^f M_t^h$ darstellt, wobei M^f Einheiten veranschaulicht, die von einem fluorierten Monomer hergeleitet sind, M^h Einheiten veranschaulicht, die von nicht-fluorierten Monomeren hergeleitet sind, s einen Wert von 1 bis 40 veranschaulicht, t einen Wert von 0 bis 40 veranschaulicht, und die Summe von s und t mindestens 2 ist.

10. Mörtelpulver nach Anspruch 7, wobei die fluorchemische Verbindung der Formel:



, entspricht, wobei Y für einen Alkylrest oder einen hydrolysierbaren Rest steht, wobei die Reste Y jeweils gleich oder verschieden sind, und mindestens ein Rest Y ein hydrolysierbarer Rest ist, und X^f ein fluorierter oder perfluoriertes zweiwertiger organischer Rest ist.

11. Mörtelpulver nach Anspruch 10, wobei X^f für einen zweiwertigen fluorierten oder perfluorierten Polyether steht, der einen organischen Rest enthält, oder wobei X^f der Formel:



entspricht, wobei L^1 und L^2 jeweils unabhängig eine organische zweiwertige Verknüpfungsgruppe oder eine chemische Bindung bedeuten, und Q^f für einen perfluorierten aliphatischen Rest mit mindestens 3 Kohlenstoffatomen steht.

12. Verfahren zur Herstellung von Mörtelpulver zum Vermischen mit Wasser, so dass man einen Mörtel erhält, wobei das Mörtelpulver Zementpulver umfasst und das Verfahren den Schritt Behandeln von mindestens einer der Komponenten des Mörtelpulvers mit einer fluorchemischen Verbindung umfasst.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen