



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 25 767 T2** 2005.11.03

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 0 928 996 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 25 767.0**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 100 515.8**

(96) Europäischer Anmeldetag: **12.01.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **14.07.1999**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **15.06.2005**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **03.11.2005**

(51) Int Cl.7: **G03G 9/08**
G03G 9/087

(30) Unionspriorität:
6612 **13.01.1998** **US**

(73) Patentinhaber:
Xerox Corp., Rochester, N.Y., US

(74) Vertreter:
**Grünecker, Kinkeldey, Stockmair &
Schwanhäusser, 80538 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE, FR, GB

(72) Erfinder:
Foucher, Daniel A., Toronto, Ontario M6G 3M1, CA;
Patel, Raj D., Oakville, Ontario L6H 3L2, CA;
Sacripante, Guerino G., Oakville, CA;
**Mychaijlowskij, Walter, Mississauga, Ontario L5B
4A1, CA**

(54) Bezeichnung: **Tonerherstellungsverfahren**

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

[0001] Die vorliegende Erfindung ist allgemein auf Tonerverfahren und genauer auf Aggregationsverfahren zur Herstellung von Tonerharzen, insbesondere Polyestern und Tonerzusammensetzungen daraus gerichtet. In Ausführungsformen ist die vorliegende Erfindung auf die wirtschaftliche chemische oder direkte Herstellung von Tonern und Tonerharzen in situ gerichtet, die eine erste Voraggregation sulfonierter Polyesterteilchen mit einem Volumenmittel des Durchmessers in Submikrongröße, zum Beispiel gleich etwa 1 μ (Mikron) oder weniger als ein μ m (Mikron), zu einer Größe von etwa gleich der der Farbmitteldispersion, gefolgt von einer zweiten Aggregation zu Teilchen in Tonergröße ohne die Anwendung der bekannten Pulverisierungs- und/oder Klassierungsverfahren umfaßt und wobei in Ausführungsformen Tonerzusammensetzungen mit einem Volumenmittel des Durchmessers von 1 bis 25 und vorzugsweise von 1 bis 10 μ m (Mikron) und einer mit dem Coulter Counter gemessenen GSD von zum Beispiel 1,16 bis 1,26 oder 1,18 bis 1,28 erhalten werden können und wobei die Toner gewisse Polyesterharze enthalten. Die schrittweise Herstellung chemischer Toner ermöglicht zum Beispiel eine zusätzliche Verfahrenskontrolle der Aggregation und dadurch das Verringern der Farbmittelabstoßung und das Vergrößern des Spielraums der Harze, die mit einem Farbmittel, insbesondere Pigment aggregiert werden können. Die sich daraus ergebenden Toner können für elektrophotographische Bilderzeugungsverfahren, Druckverfahren einschließlich Farbverfahren, digitale Verfahren und Lithographie ausgewählt werden. Das Verfahren der vorliegenden Erfindung ermöglicht in Ausführungsformen die Verwendung durch Polykondensationsverfahren erhaltener Polymeren wie etwa Polyestern und genauer der wie in den US-Patenten 5 348 832, 5 658 704 und 5 604 076 veranschaulichten sulfonierten Polyester, wobei die Polyester zu niedrigschmelzenden Tonern ausgewählt werden können.

[0002] Im US-Patent 4 996 127 wird ein Toner aus assoziierten Teilchen veranschaulicht, der hauptsächlich Teilchen aus einem Polymer mit sauren oder basischen polaren Gruppen umfaßt, wobei die Toner durch Emulsionspolymerisation hergestellt werden können. Im US-Patent 4 983 488 wird ein Verfahren zur Herstellung von Tonern durch die Polymerisation eines polymerisierbaren Monomers offenbart, das durch Emulgieren in Gegenwart eines Farbmittels und/oder eines Magnetpulvers unter Herstellen ein Hauptharzkomponente dispergiert wurde und anschließend Bewirken einer Koagulation der sich daraus ergebenden Polymerisationsflüssigkeit auf eine solche Weise, daß die Teilchen in der Flüssigkeit nach der Koagulation für einen Toner geeignete Durchmesser aufweisen. In Spalte 9 dieses Patents wird angegeben, daß koagulierte Teilchen von 1 bis 100 und insbesondere 3 bis 70 erhalten werden. Die US-A-5 660 965 und US-A-5 593 807 offenbaren ein Verfahren zur Herstellung von Toner, das den Schritt des Mischens eines sulfonierten Polyester umfassenden Emulsionslatex, einer Farbmitteldispersion und eines Alkalihalogenids zur Aggregation umfaßt.

[0003] Ein Merkmal der vorliegenden Erfindung bezieht sich auf die aufeinanderfolgende kontrollierte Aggregation eines Harzes mit einem Farbmittel zum Ermöglichen von Tonern mit vorhersehbaren Tonergrößen und engen GSD.

[0004] Ein weiteres Merkmal der vorliegenden Erfindung ist das Bereitstellen ein sulfoniertes Polyesterharz und Farbmittel umfassender Trockentonerzusammensetzungen, wobei der Toner durch eine erste Aggregation dispergierter Submikronteilchen aus sulfoniertem Polyester zu größerer primärer Teilchengröße und eine nachfolgende zweite Aggregation des Polyesters und Tonern daraus, die zum Beispiel den sulfonierten Polyester und ein Farbmittel wie etwa ein Pigment, Farbstoff oder Gemische daraus umfassen, und Toneradditiven wie etwa Ladungsadditive, Oberflächenadditive und dergleichen hergestellt wird.

[0005] Bei einem weiteren Merkmal der vorliegenden Erfindung werden einfache und wirtschaftliche chemische Verfahren zur schrittweisen Herstellung schwarzer und gefärbter Tonerzusammensetzungen mit zum Beispiel einem ausgezeichneten Farbmittel wie etwa einer Pigmentdispersion und enger GSD bereitgestellt.

[0006] Bei einem weiteren Merkmal der vorliegenden Erfindung wird ein einfaches aufeinanderfolgendes wie etwa schrittweises Verfahren zur Herstellung von Teilchen in Tonergröße im Größenbereich von 3 bis 7 μ m (3 bis 7 Mikron) mit einer engen GSD im Bereich von 1,18 bis 1,26 bereitgestellt, wobei die Tonerteilchen ein Farbmittel, insbesondere ein Pigment und sulfoniertes Polyesterharz umfassen und wobei zu den Verfahren Alkalihalogenide wie etwa Berylliumchlorid, Berylliumbromid, Berylliumiodid, Magnesiumchlorid, Magnesiumbromid, Magnesiumiodid, Calciumchlorid, Calciumbromid, Calciumiodid, Strontiumchlorid, Strontiumbromid, Strontiumiodid, Bariumchlorid, Bariumbromid, Bariumiodid und dergleichen gewählt werden.

[0007] Bei einem weiteren Merkmal der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Herstellung von Tonerzusammensetzungen mit einem Volumenmittel des Teilchendurchmessers von 1 bis 20 μ m (1 bis 20 Mikron) und vorzugsweise von 1 bis 9 μ m (1 bis etwa 9 Mikron) und mit einer durch einen Counter Counter gemessenen

engen GSD von 1,12 bis 1,30 und vorzugsweise von 1,14 bis 1,25 bereitgestellt, wobei die anfängliche Größe der aggregierten sulfonierten Polyesterteilchen um zum Beispiel das 4- bis 8fache wie von 20 Nanometer auf 150 Nanometer oder wahlweise von 20 Nanometer auf 150 bis 250 Nanometer erhöht wird.

[0008] Bei einem weiteren Merkmal der vorliegenden Erfindung wird ein Verbundtoner aus sulfoniertem, polymerem Harz mit einem Farbmittel wie etwa einem Pigment und einem wahlfreien Ladungssteuerungsmittel in hohen Ausbeuten von 90 Gew.-% bis 100 Gew.-% des Toners ohne eine Klassierung anzuwenden bereitgestellt.

[0009] Bei noch einem weiteren Merkmal der vorliegenden Erfindung werden Tonerzusammensetzungen mit niedrigeren Schmelztemperaturen von 110°C bis 150°C und mit ausgezeichneten Blockiereigenschaften bei 50°C bis 60°C bereitgestellt.

[0010] Weiterhin werden bei einem weiteren Merkmal der vorliegenden Erfindung Tonerzusammensetzungen mit einem hohen Projektionswirkungsgrad wie etwa einem durch das von Milton-Roy erhältliche Match Scan II Spektrophotometer gemessenen Projektionswirkungsgrad von 75 bis 95% bereitgestellt.

[0011] In einem weiteren Merkmal der vorliegenden Erfindung werden Tonerzusammensetzungen bereitgestellt, die zu einer minimalen, niedrigen oder keiner Papierwellung führen.

[0012] Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zur Herstellung eines Toners bereit, das eine erste Aggregation dispergierter sulfonierter Polyesterteilchen und danach eine zweite Aggregation mit einer Farbmitteldispersion und einem Alkalihalogenid umfaßt.

[0013] Bevorzugte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung werden in den Unteransprüchen aufgeführt.

[0014] Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beziehen sich auf ein Verfahren zur Tonerherstellung, wobei das Verfahren eine erste Aggregation vordispersierter Submikronteilchen aus sulfoniertem Polyester mit einem Alkalihalogenid und danach eine zweite Aggregation der bei der ersten Aggregation hergestellten größeren Submikronteilchen aus sulfoniertem Polyester mit einer Farbmitteldispersion und einem Alkalihalogenid umfaßt; ein Verfahren zur Tonerherstellung, wobei das Verfahren eine erste Aggregation dispergierter sulfonierter Polyesterteilchen, was zu größeren Teilchen in Submikrongröße führt und danach eine zweite Aggregation der sich daraus ergebenden sulfonierten Polyesterteilchen mit einer Farbmitteldispersion und einem Alkalihalogenid umfaßt, wobei die erste Aggregation durch das Mischen und Erhitzen des sulfonierten Polyesters und eines dikationischen Salzes erreicht wird und wobei die zweite Aggregation ein zusätzliches Erhitzen und Mischen der bei der ersten Aggregation hergestellten größeren Submikronteilchen aus sulfoniertem Polyester zusammen mit dem Farbmittel umfaßt, wobei das Farbmittel ein Pigment ist und das Alkalihalogenid Magnesiumchlorid ist; ein Verfahren, wobei der teilweise sulfonierter Polyester zu von zum Beispiel 5 bis etwa 50 Gewichtsprozent Feststoffgehalt in warmem Wasser von 5°C bis 15°C über der Glasübergangstemperatur des Polyesters dispergiert wird und Submikronteilchen im Größenbereich von zum Beispiel 5 bis 80 Nanometer gebildet werden und wobei der erste Aggregationsschritt, der durch den Zusatz eines Alkalihalogenids wie etwa $MgCl_2$ oder einer ähnlichen Lösung (1 Gewichtsprozent in Wasser) eines dikationischen Salzes erreicht wird, vor oder nach dem Erhitzen auf die optimale Aggregationstemperatur von 35°C bis 75°C erfolgen kann und wobei das Erhitzen von 15 bis 480 Minuten fortgesetzt werden kann, bis die gewünschte Aggregatteilchengröße, zum Beispiel von 70 bis 150 Nanometer, erhalten worden ist; das Ausführen einer weiteren Aggregation des sich daraus ergebenden, voraggregierten Latex mit einem dispergierten Farbmittel wie etwa einem von Sun Chemical erhältlichen Pigment als 20 bis 50 gew.-%ige vordispersierte Pigmentdispersion in Wasser mit einer mittleren Pigmentgröße im Bereich von 50 bis 150 Nanometer und weiteres Verdünnen mit Wasser wie etwa mit 150 Milliliter entionisiertem Wasser und die langsame tropfenweise Zugabe von etwa 50 Milliliter Alkalihalogenid- wie etwa $MgCl_2$ - oder ähnlichen dikationischen Lösung bei oder in der Nähe der optimalen Aggregationstemperatur wird bewerkstelligt. Das Aggregationsverfahren kann sowohl durch Lichtmikroskopie als auch Counter-Counter-Teilchengrößenmessungen überwacht werden. Weiter kann ein Alkalihalogenid wie etwa $MgCl_2$ oder ein ähnliches dikationisches Salz anschließend zugefügt und die Temperatur leicht, zum Beispiel von 0,2°C bis 5°C, erhöht werden, was eine raschere Aggregation gestattet. Nach einem Zeitraum von zum Beispiel 30 Minuten bis 5 Stunden ergibt sich daraus die gewünschte Tonerendgröße von zum Beispiel 4 bis 8 µm (Mikron) und eine enge Korngrößenverteilung (GSD) von 1,1 bis 1,5.

[0015] Das Verfahren der vorliegenden Erfindung schließt zum Beispiel

i) das Dispergieren des sulfonierten Polyesterharzes in Wasser, wobei sich das Wasser bei einer Tempera-

tur von 40°C bis 95°C und vorzugsweise zwischen 5°C und 15°C über der Glasübergangstemperatur des Polyesters befindet und wobei das Dispergieren durch eine bei von 100 bis 5000 Umdrehungen je Minute arbeitende Polytron Hochgeschwindigkeits-Schervorrichtung bewerkstelligt wird, wodurch die Bildung von Teilchen mit Submikrongröße ermöglicht wird und wobei die Teilchen ein Volumenmittel des Durchmessers von 5 bis 80 Nanometer aufweisen;

ii) eine erste Aggregation der dispergierten sulfonierten Polyesterteilchen zu Submikronteilchen von 50 bis 200 Nanometer oder genauer bei der die Teilchen durch den Zusatz einer geringen Menge einer ein dikationisches Salz enthaltenden Lösung von etwa 5 bis etwa 50 auf etwa 200 Nanometer oder von etwa 80 bis etwa 90 auf etwa 200 Nanometer anwachsen;

iii) das Zufügen eines Farbmittel wie einer von Sun Chemical erhältlichen Pigmentdispersion als etwa 20 bis 50 Gewichtsprozent vordispersiertes Pigment in Wasser mit einer mittleren Pigmentgröße im Bereich von 50 bis etwa 150 Nanometer, wobei die Dispersion mit zum Beispiel 150 bis 200 Milliliter DI (entionisiertem) Wasser weiter verdünnt wird und wobei die Aggregationsrate durch zum Beispiel die tropfenweise Zugabe eines Alkalihalogenids wie etwa eines dikationischen Salzes von 1 bis 150 Milliliter, vorzugsweise 1 Gewichtsprozent in Wasser, und unter Erhitzen nahe der optimalen Aggregationstemperatur, zum Beispiel zwischen 40°C bis 60°C und vorzugsweise zwischen 48°C und 52°C gesteuert werden kann, bis, wie sowohl durch Lichtmikroskopie als auch durch Counter-Counter-Teilchengrößenmessungen überwacht, Aggregate mit optimaler Tonergröße erhalten worden sind;

iv) gegebenenfalls, aber vorzugsweise das Isolieren des Toners oder der Tonerteilchen durch bekannte Verfahren wie etwa Filtrieren; Waschen und

v) Trocknen der Tonerteilchen mit zum Beispiel Vakuum und

vi) das Zufügen bekannter Toneradditive wie etwa Wachs, Ladungsadditive, Oberflächenfließadditive und dergleichen zu den trockenen Tonerteilchen oder Toner aus Harz und Farbmittel ein. Für das Verfahren können verschiedene Pigmente, Farbstoffe, Gemische daraus und dergleichen wie etwa cyan-, schwarz-, magenta- und gelbpigmentierte Dispersionen oder Gemische davon zum Beispiel als vordispersierte Form mit zum Beispiel von 20 bis 60 Gewichtsprozent Feststoffe erhalten werden.

[0016] Es wird ein Verfahren zur Tonerherstellung offenbart, das eine erste Aggregation eines sulfonierten Polyesters und danach eine zweite Aggregation mit einer Farbmitteldispersion und einem Alkalihalogenid umfaßt. Vorzugsweise umfaßt das Verfahren

(i) daß der sulfonierte Polyester in Wasser dispergiert wird, wobei sich das Wasser bei einer Temperatur von 40°C bis 95°C oder zwischen 5°C bis 15°C über der Glasübergangstemperatur des Polyesterpolymers befindet und wobei das Dispergieren durch eine bei von 100 bis 5000 Umdrehungen je Minute arbeitende Polytron Hochgeschwindigkeits-Schervorrichtung bewerkstelligt wird, wodurch die Bildung von Teilchen mit Submikrongröße ermöglicht wird;

(ii) das Erreichen einer ersten Aggregation der dispergierten sulfonierten Polyesterteilchen zu größeren Submikronteilchen von 50 bis 200 Nanometer durch den Zusatz einer ein monokationisches Salz oder ein dikationisches Salz enthaltenden Lösung oder einer Elektrolytlösung;

(iii) das Zufügen einer Farbmitteldispersion mit von 20 bis 50 Gewichtsprozent vordispersiertem Farbmittel in Wasser mit einer mittleren Farbmittelgröße im Bereich von 50 bis 150 Nanometer, wobei die Dispersion weiter mit entionisiertem Wasser verdünnt wird und Steuern der Aggregationsrate durch die tropfenweise Zugabe des Salzes oder des Elektrolyten und anschließend Erhitzen nahe der Aggregationstemperatur von 40°C bis 60°C bis, wie sowohl durch Lichtmikroskopie als auch durch Coulter-Counter-Teilchengrößenmessungen überwacht, Aggregate in Tonergröße erhalten worden sind; Abkühlen und

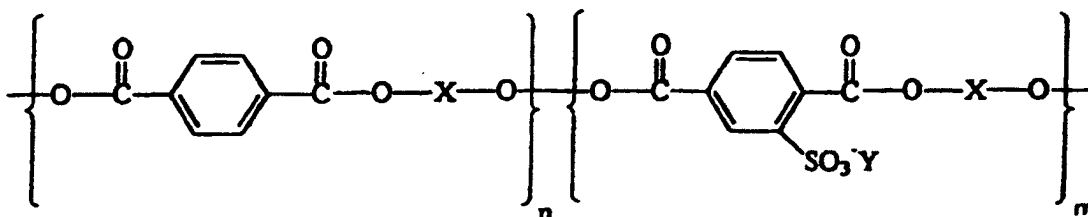
(iv) das Isolieren der Tonerzusammensetzung oder der Tonerteilchen;

(v) das Trocknen der Tonerteilchen und

(vi) gegebenenfalls Zusetzen von Wachs, Ladungsadditiven und Oberflächenfließadditiven zu den trockenen Tonerteilchen oder Toner aus Harz und Farbmittel. Es ist bevorzugt, daß die erste Aggregation durch Erhitzen bewerkstelligt wird. Es ist bevorzugt, daß der erhaltene farbige Toner eine enge GSD in dem Bereich von 1,18 bis 1,28 aufweist. Es ist ferner bevorzugt, daß das Alkalihalogenid Berylliumchlorid, Berylliumbromid, Berylliumiodid, Magnesiumchlorid, Magnesiumbromid, Magnesiumiodid, Calciumchlorid, Calciumbromid, Calciumiodid, Strontiumchlorid, Strontiumbromid, Strontiumiodid, Bariumchlorid, Bariumbromid oder Bariumiodid ist und deren Konzentration gegebenenfalls in dem Bereich von 0,1 bis 5 Gewichtsprozent ist. Das Halogenid ist typischerweise ein Chlorid, Bromid, Iodid oder Fluorid.

[0017] Die vorliegende Erfindung stellt auch ein Verfahren zur Tonerherstellung bereit, wobei das Verfahren (1) eine erste Aggregation dispergierter sulfonierter Polyesterteilchen und danach (2) deren zweite Aggregation mit einer Farbmitteldispersion und einem Alkalihalogenid umfaßt, wobei die erste Aggregation durch das Mischen und Erhitzen des sulfonierten Polyesters und eines dikationischen Salzes oder Alkalihalogenids bewerkstelligt wird. Es ist bevorzugt, daß das Farbmittel ein Pigment ist. Es ist ferner bevorzugt, daß das Farb-

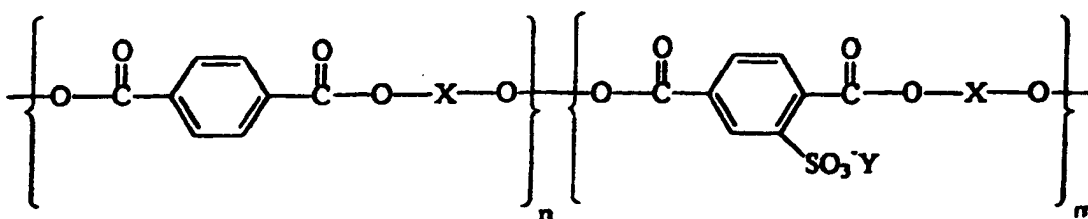
mittel ein Pigment oder ein Farbstoff ist und das Alkalihalogenid Magnesiumchlorid ist. Das Farbmittel ist üblicherweise eine cyanfarbene, schwarze, magentafarbene oder gelbe Dispersion oder Gemische davon mit von 20 bis 60 Gewichtsprozent Farbmittelfeststoffe. Vorzugsweise ist der sulfonierte Polyester von der Formel



worin Y ein Alkalimetall ist, X ein Glykol ist und n und m die Anzahl der Segmente darstellen. Dadurch ist es bevorzugt, daß das Glykol Neopentylglykol, Ethylenglykol, Propylenglykol, Butylenglykol, Propandiol, Diethylenglykol oder Gemische davon ist. Es ist bevorzugt, daß die erste Aggregation durch Erhöhen der Ionenstärke des sulfonierten Polyesters durch Zugabe eines monokationischen Salzes bewerkstelligt wird. Das Salz ist vorzugsweise Natriumchlorid. Typischerweise ist der sulfonierte Polyester eine von 5 bis 30 Gewichtsprozent Feststoffe umfassende Dispersion und die Farbmitteldispersion enthält von 20 bis 50 Gewichtsprozent Farbmittel. Vorzugsweise weist der sulfonierte Polyester einen Sulfonierungsgrad von 2,5 bis 20 Molprozent, bevorzugter von 5 bis 10 Molprozent auf. Es ist bevorzugt, daß die Tonerteilchengröße von 3 bis 7 μm (Mikron) als Volumenmittel des Durchmessers beträgt. Der Toner wird typischerweise isoliert, filtriert, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Vorzugsweise werden der Oberfläche des gebildeten Toners aus sulfoniertem Polyester und Farbmittel Metallsalze, Metallsalze von Fettsäuren, Siliziumoxide, Metalloxide oder Gemische davon jeweils in einer Menge von 0,1 bis 10 Gewichtsprozent des erhaltenen Toners zugefügt. Es ist weiter bevorzugt, daß die Teilchengröße des dispergierten sulfonierten Polyesters (ii) von 5 bis 200 Nanometer beträgt. In einer bevorzugten Ausführungsform ist der Polyester ein sulfonierter Random-Copolyester, der auf Molprozentgrundlage der sich wiederholenden Polymereinheit ungefähr 0,47 Terephthalat/0,03 Natriumsulfoisophthalat/0,475 1,2-Propandiol/0,025 Diethylenglykol umfaßt, wobei der Polyester ein M_w von etwa 3790, ein M_n von etwa 2560 und eine T_g von etwa 54,6°C besitzt.

[0018] Die vorliegende Erfindung ist auch auf ein Verfahren zur Tonerherstellung gerichtet, das (1) eine erste Aggregation von Harzteilchen und danach (2) deren zweite Aggregation mit einem Farbmittel und einem Alkalihalogenid umfaßt und wobei die erste Aggregation durch Erhitzen des Harzes und des Alkalihalogenids bewerkstelligt wird. Es ist bevorzugt, daß zu der ersten Aggregation ein Alkalihalogenid zugesetzt wird. Es ist ferner bevorzugt, daß die Harze sulfonierte Polyesterteilchen aus (1) von Submikrongröße sind und das Erhitzen ein erstes Erhitzen zum Ermöglichen der Aggregation und ein zweites Erhitzen zum Ermöglichen der Koaleszenz der gebildeten Toneraggregate umfaßt.

[0019] Der sulfonierte Polyester ist zum Beispiel von der Formel



worin Y ein Alkalimetall wie etwa Natrium ist, X ein Glykol wie etwa ein aliphatisches Glykol oder Gemisch von Glykolen wie etwa Neopentylglykol, Ethylenglykol, Propylenglykol, Butylenglykol, Pentylenglykol, Propandiol, insbesondere 1,2-Propandiol, Diethylenglykol oder Gemische davon ist und n und m die Anzahl der Segmente darstellen.

[0020] In Ausführungsformen kann die erste Aggregation durch eine Erhöhung der Heiztemperatur von 2 bis 10°C bewerkstelligt werden. Die erste Aggregation kann durch Erhöhen der Ionenstärke von zum Beispiel 0,001 bis 5 und vorzugsweise von 0,01 bis 2 molarer (durch bekannte Verfahren bestimmter) Ionenstärke des sulfonierten Polyesters durch den Zusatz zum Beispiel eines dikationischen Salzes bewerkstelligt werden, wobei das gewählte Salz Magnesiumchlorid ist. Der sulfonierte Polyester ist eine 5 bis 30 Gewichtsprozent Feststoff umfassende Dispersion und die Farbmitteldispersion umfaßt ein Pigment, das zum Beispiel von 20 bis 50% Feststoff enthält. Der sulfonierte Polyester besitzt einen Sulfonierungsgrad von 2,5 bis 20 oder von 4 bis 15 Molprozent. Der sulfonierte Polyester besitzt einen Sulfonierungsgrad von 5 bis 10 Molprozent. Das Alkalimetallhalogenid umfaßt ein Alkalimetallhalogenid wie etwa zum Beispiel Berylliumchlorid, Berylliumbromid,

Berylliumiodid, Magnesiumchlorid, Magnesiumiodid, Calciumchlorid, Calciumbromid, Calciumiodid, Strontiumchlorid, Strontiumbromid, Strontiumiodid, Bariumchlorid, Bariumbromid, Bariumiodid und dergleichen und deren Konzentration ist gegebenenfalls in dem Bereich von 0,1 bis 5 Gewichtsprozent. Die Tonerteilchengröße ist von 3 bis 7 μm als Volumenmittel des Durchmessers. Der Toner wird filtriert, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Der Oberfläche des gebildeten Toners aus sulfoniertem Polyester und Farbmittel werden Metallsalze, Metallsalze von Fettsäuren, Siliziumoxide, Metalloxide oder Gemische davon jeweils in einer Menge von 0,1 bis 10 Gewichtsprozent zugefügt. Der Polyester ist ein sulfonierter Random-Copolyester, der auf Molprozentgrundlage der sich wiederholenden Polymereinheit ungefähr 0,47 Terephthalat/0,03 Natriumsulfoisophthalat/0,475 1,2-Propandiol/0,025 Diethylenglykol umfaßt, wobei der Polyester ein M_w von etwa 3790, ein M_n von etwa 2560 und eine Tg von etwa 54,6°C besitzt.

[0021] Die erste Aggregation oder Voraggregation kann durch den Zusatz zum Beispiel eines dikationischen Salzes zu einem zuvor dispergierten sulfonierten Polyester in einer wirksamen Menge, zum Beispiel einer Salzmenge von 0,05 bis 5 und vorzugsweise von 0,05 bis 1 Gewichtsprozent bezogen auf die Menge aller Polyester- und Salzkomponenten erreicht werden oder die erste Aggregation kann wahlweise durch eine Erhöhung der Ionenstärke von 0,001 M auf 2 M (molar) durch den Zusatz von 1 bis 50 Milliliter neutralem, monokationischem Salz wie etwa Natriumchlorid erreicht werden oder wobei die erste Aggregation durch die Verwendung einer Elektrolytlösung von zum Beispiel Isotone II (Coulter Electronics) in einer Menge von 30 Milliliter bis 50 Milliliter und Erhitzen zum Beispiel auf eine Temperatur von 40°C bis 60°C und vorzugsweise 40°C bis 45°C erzielt werden kann. Genauer kann die erste Aggregation in Ausführungsformen wie folgt bewerkstelligt werden: Dispergieren von 50 bis 200 Gramm sulfoniertem Polyesterharz in Wasser unter Liefern von 5 bis 40 Gewichtsprozent und vorzugsweise 20 Gewichtsprozent Feststoff, wobei sich das Wasser bei einer Temperatur von 40°C bis 95°C befindet und das Dispergieren durch eine bei von 100 bis 5000 Umdrehungen je Minute arbeitende Polytron Hochgeschwindigkeits-Schervorrichtung bewerkstelligt wird, wodurch die Bildung von Teilchen in Submikrongröße ermöglicht wird und wobei die Teilchen ein Volumenmittel des Durchmessers von 5 bis 80 Nanometer aufweisen, gegebenenfalls gefolgt von der kontrollierten Zugabe einer geringen Menge (zwischen 1 und 50 Milliliter) einer 1 gew.-%igen, ein Alkalisalz enthaltenden Lösung oder wahlweise einer Elektrolytlösung, und danach Erhitzen der Lösung von sulfoniertem Polyester/Koagulat auf zwischen 40°C und 60°C und vorzugsweise zwischen 40°C und 45°C, bis ein Volumenmittel der Teilchengröße zwischen 150 und 300 Nanometer und vorzugsweise zwischen 160 und 250 Nanometer erhalten worden ist. Das Aggregatwachstum des Latex kann durch das bei einem Nicomp Kornklassierer beobachtete Teilchengrößenwachstum und die sichtbare beobachtbare Größenzunahme mit einem Lichtmikroskop überwacht werden. Die Latexdispersion verändert sich von einer nahezu transparenten, blau getönten Lösung zu einem sichtbar weißen Latex. Der Vorteil einer ersten Aggregation stellt hauptsächlich die Steuerung des Aggregatwachstums und die Steuerung und Stabilität der Aggregation bei dem Farbmittel wie etwa Pigment sicher, da zum Beispiel die Teilchengrößen des Latex und Pigments ähnlich sind.

[0022] Bei der zweiten Aggregation werden der aus dem ersten oder Voraggregationsschritt erhaltene vordispergierte Polyester und ein Farbmittel, insbesondere eine Pigmentdispersion durch die Verwendung eines Alkalihalogenids wie etwa Magnesiumchlorid weiter aggregiert. Dies kann durch Zufügen der Farbmitteldispersion zu dem Gemisch und Steuern der Aggregationsrate durch die kontrollierte Zugabe eines dikationischen Salzes wie etwa MgCl_2 unter Erhitzen zwischen 40°C und 60°C und vorzugsweise zwischen 48°C und 52°C, bis Aggregate mit optimaler Tonergröße erhalten worden sind, erreicht werden. Die Tonerteilchen werden vorzugsweise durch Filtration isoliert, gefolgt vom Vakuumtrocknen der Tonerteilchen und danach gegebenenfalls Zufügen bekannter Toneradditive wie etwa Ladungsadditive, Oberflächenfließadditive und dergleichen zu dem Harz und Farbmittel umfassenden, trockenen Toner.

[0023] Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung schließen ein Verfahren zur Herstellung Harz und Farbmittel wie etwa ein Pigment umfassender Tonerteilchen, wobei das Verfahren eine erste Aggregation der dispergierten Teilchen aus sulfoniertem Polyester auf eine der dispergierten, pigmentierten Teilchen ähnliche Größe, gefolgt von einer zweiten Aggregation unter Liefern von Teilchen mit 5 bis 7 μm (Mikron) großem Durchmesser umfaßt und ein Verfahren zur Herstellung von Tonerzusammensetzungen durch schrittweises Aggregieren ein, umfassend:

- i) das Dispergieren des sulfonierten Polyesterharzes in Wasser, wobei sich das Wasser bei einer Temperatur von 40°C bis 95°C befindet und wobei das Dispergieren durch eine bei von 100 bis 5000 Umdrehungen je Minute arbeitende Polytron Hochgeschwindigkeits-Schervorrichtung bewerkstelligt wird, wodurch die Bildung von Teilchen mit Submikrongröße ermöglicht wird und wobei die Teilchen ein Volumenmittel des Durchmessers von 5 bis 80 Nanometer aufweisen;
- ii) eine erste Aggregation der dispergierten sulfonierten Polyesterteilchen zu größeren Submikronteilchen vorstehend (i) von 50 bis 300 Nanometer und vorzugsweise zwischen 100 und 250 Nanometer durch den

Zusatz einer geringen Menge (1 bis 20 Gewichtsprozent der ursprünglichen Lösung) einer ein mono- oder dikationisches Salz enthaltenden Lösung oder einer Elektrolytlösung von zum Beispiel Isotone II;
 iii) das Zufügen einer Pigmentdispersion zu dem sich daraus ergebenden Gemisch und Steuern der Aggregationsrate durch zum Beispiel die kontrollierte Zugabe eines dikationischen Salzes wie etwa $MgCl_2$ und unter Erhitzen auf 40°C bis 60°C und vorzugsweise zwischen 48°C und 52°C bis Aggregate mit Tonergröße erhalten worden sind;
 iv) gegebenenfalls aber vorzugsweise das Isolieren des Toners oder der Tonerteilchen durch bekannte Verfahren wie etwa Filtration;
 v) Trocknen der Tonerteilchen mit zum Beispiel Vakuum und
 vi) gegebenenfalls das Zufügen bekannter Toneradditive wie etwa Ladungsadditive, Oberflächenfließadditive und dergleichen zu den trockenen Tonerteilchen.

[0024] Verschiedene bekannte Farbmittel, insbesondere Pigmente, die in dem Toner in einer wirksamen Menge von zum Beispiel 1 bis 65, vorzugsweise von 2 bis 35 Gewichtsprozent des Toners und bevorzugter von 1 bis 15 Gewichtsprozent vorliegen, schließen Ruß wie etwa REGAL 330[®], Magnetite wie etwa die Mobay-Magnetite MO8029[™], MO8060[™] und dergleichen ein. Als farbige Pigmente können bekannte cyanfarbene, magentafarbene, gelbe, rote, grüne, braune, blaue oder Gemische davon gewählt werden. Spezifische Beispiele von Farbmitteln, insbesondere Pigmenten schließen das Phthalocyanin HELIOGEN BLUE L6900[™], D6840[™], D7080[™], D7020[™], Cyan 15:3, Magenta Red 81:3, Yellow 17, die Pigmente aus dem US-Patent 5 556 727 und dergleichen ein.

[0025] Genauer schließen Farbmittelbeispiele Pigment Blue 15:3 mit der Color Index Konstitutionsnummer 74160, magentafarbenes Pigment Red 81:3 mit der Color Index Konstitutionsnummer 45160:3 und Yellow 17 mit der Color Index Konstitutionsnummer 21105 ein.

[0026] Farbmittel schließen Pigmente, Farbstoffe, Pigmentgemische, Farbstoffgemische und Gemische von Farbstoffen und Pigmenten und dergleichen und bevorzugt Pigmente ein.

[0027] Der Toner kann auch bekannte Ladungsadditive in wirksamen Mengen von zum Beispiel von 0,1 bis 5 Gewichtsprozent wie etwa Alkylpyridiniumhalogenide, Bisulfate, die Ladungssteuerungsadditive der US-Patente 3 944 493, 4 007 293, 4 079 014, 4 394 430 und 4 560 635, negtladungserhöhende Additive wie Aluminiumkomplexe und dergleichen einschließen.

[0028] Oberflächenadditive, die den Tonerzusammensetzungen nach dem Waschen oder Trocknen zugefügt werden können, schließen zum Beispiel Metallsalze, Metallsalze von Fettsäuren, kolloidale Siliziumoxide, Metalloxide wie Titan, Zinn und dergleichen, Gemische davon und dergleichen ein, wobei die Additive üblicherweise in einer Menge von 0,1 bis 2 Gewichtsprozent vorhanden sind; Referenz US-Patente 3 590 000, 3 720 617, 3 655 374 und 3 983 045. Bevorzugte Additive schließen Zinkstearat und Fließhilfen wie etwa pyrogene Siliziumoxide wie von DEGUSSA erhältliches AEROSIL R972[®] oder von Cabot Corporation oder Degussa Chemicals erhältliche Siliziumoxide jeweils in Mengen von 0,1 bis 2% ein, die während des Aggregationsverfahrens zugesetzt oder dem gebildeten Tonerprodukt zugemischt werden können.

[0029] Entwicklerzusammensetzungen können durch Mischen der mit den Verfahren der vorliegenden Erfindung erhaltenen Toner mit bekannten Trägerteilchen einschließlich beschichteter Träger wie etwa Stahl, Ferrite und dergleichen zum Beispiel von 2% Tonerkonzentration bis 8% Tonerkonzentration hergestellt werden; Referenz US-Patente 4 937 166 und 4 935 326.

[0030] Bilderzeugungsverfahren sind ebenfalls mit den Tonern der vorliegenden Erfindung vorgesehen; Referenz zum Beispiel eine Anzahl hierin angeführter Patente und US-Patent 4 265 990.

[0031] Die folgenden Beispiele werden zum weiteren Definieren verschiedener Arten der vorliegenden Erfindung vorgelegt. Ferner sind solange nicht anders angegeben Teile und Prozentanteile in Gewicht.

EXPERIMENTELLES

HERSTELLUNG SULFONIRTER POLYESTER:

Herstellung des geraden, mäßig sulfonieren Polyesters A (DF209):

[0032] Ein in Molprozent ungefähr 0,47 Terephthalat, 0,030 Natriumsulfoisophthalat, 0,455 Neopentylglykol

und 0,045 Diethylenglykol umfassendes gerades, sulfoniertes Random-Copolyesterharz wurde wie folgt hergestellt. In einen mit einem Bodenablaßventil, Doppelturbinenrührer und Destillationsvorlage mit einem Kaltwasserkühler ausgerüsteten Einliter-Parr-Reaktor wurden 388 Gramm Dimethylterephthalat, 44,55 Gramm Natriumdihydroxyterephthalat, 310,94 Gramm Neopentylglykol (1 Mol Glykolüberschuß), 22,36 Gramm Diethylenglykol (1 Mol Glykolüberschuß) und 0,8 Gramm Butylzinnhydroxidoxid als Katalysator eingetragen. Der Reaktor wurde anschließend unter Rühren 3 Stunden auf 165°C erhitzt, wodurch 115 Gramm Destillat in der Destillationsvorlage aufgefangen wurden und wobei das Destillat etwa 98 Volumenprozent Methanol und 2 Volumenprozent Neopentylglykol umfaßte, wie durch das von der American Optical Corporation erhältliche ABBE-Refraktometer gemessen wurde. Das sich daraus ergebende Gemisch wurde anschließend über den Zeitraum von einer Stunde auf 190°C erhitzt, wonach der Druck langsam von Atmosphärendruck auf etwa 34,7 kPa (260 Torr) verringert wurde und anschließend über den Zeitraum von zwei Stunden auf 0,67 kPa (5 Torr) unter Sammeln von ungefähr 122 Gramm Destillat in der Destillationsvorlage verringert wurde, wobei das Destillat ungefähr 97 Volumenprozent Neopentylglykol und 3 Volumenprozent Methanol umfaßte, wie durch das ABBE-Refraktometer gemessen wurde. Der Druck wurde anschließend über einen Zeitraum von 30 Minuten weiter auf 0,13 kPa verringert, wodurch zusätzliche 16 Gramm Neopentylglykol aufgefangen wurden. Der Reaktor wurde anschließend mit Stickstoff auf Atmosphärendruck belüftet und das Polymer wurde durch den Bodenablaß in einen mit Trockeneis gekühlten Behälter unter Liefern von 460 Gramm zu 3,0 Molprozent sulfoniertem Polyesterharz, Copoly(neopentylendiethylen)terephthalat-copoly(natriumsulfoisophthalatdicarboxylat), ausgetragen. Die Glasübergangstemperatur des sulfonierten Polyesterharzes wurde mittels des bei einer Heizrate von 10°C je Minute arbeitenden, von E.I. DuPont erhältlichen 910 Differential Scanning Calorimeters zu 54,7°C (Beginn) gemessen.

[0033] Das Zahlenmittel des Molekulargewichts des sulfonierten Polyesterprodukts wurde zu 2560 Gramm je Mol gemessen und das Gewichtsmittel des Molekulargewichts wurde zu 3790 Gramm je Mol unter Verwenden von Tetrahydrofuran als Lösungsmittel gemessen. Eine Teilchengröße von 31 Nanometer (volumengewichtet) wurde mittels eines Nicomp Kornklassierers gemessen.

Herstellung des geraden, mäßig sulfonierten Polyesters B (DF210):

[0034] Ein in Molprozent ungefähr 0,465 Terephthalat, 0,035 Natriumsulfoisophthalat, 0,475 1,2-Propandiol und 0,025 Diethylenglykol umfassendes gerades, sulfoniertes Random-Copolyesterharz wurde wie folgt hergestellt. In einen mit einem Bodenablaßventil, Doppelturbinenrührer und Destillationsvorlage mit einem Kaltwasserkühler ausgerüsteten Einliter-Parr-Reaktor wurden 388 Gramm Dimethylterephthalat, 44,55 Gramm Natriumdihydroxyterephthalat, 310,94 Gramm 1,2-Propandiol (1 Mol Glykolüberschuß), 22,36 Gramm Diethylenglykol (1 Mol Glykolüberschuß) und 0,8 Gramm Butylzinnhydroxidoxid als Katalysator eingetragen. Der Reaktor wurde anschließend unter Rühren 3 Stunden auf 165°C erhitzt, wodurch 115 Gramm Destillat in der Destillationsvorlage aufgefangen wurden und wobei das Destillat etwa 98 Volumenprozent Methanol und 2 Volumenprozent 1,2-Propandiol umfaßte, wie durch das von der American Optical Corporation erhältliche ABBE-Refraktometer gemessen wurde. Das Gemisch wurde anschließend über den Zeitraum von einer Stunde auf 190°C erhitzt, wonach der Druck langsam über den Zeitraum von einer Stunde von Atmosphärendruck auf etwa 34,7 kPa (260 Torr) verringert wurde und anschließend über einen Zeitraum von zwei Stunden auf 0,67 kPa (5 Torr) unter Sammeln von ungefähr 122 Gramm Destillat in der Destillationsvorlage verringert wurde, wobei das Destillat ungefähr 97 Volumenprozent 1,2-Propandiol und 3 Volumenprozent Methanol umfaßte, wie durch das ABBE-Refraktometer gemessen wurde. Der Druck wurde anschließend über einen Zeitraum von 30 Minuten weiter auf 0,13 kPa verringert, wodurch zusätzliche 16 Gramm 1,2-Propandiol aufgefangen wurden. Der Reaktor wurde anschließend mit Stickstoff auf Atmosphärendruck belüftet und das Polymer wurde durch den Bodenablaß in einen mit Trockeneis gekühlten Behälter unter Liefern von 460 Gramm zu 3,5 Molprozent sulfoniertem Polyesterharz, Copoly(1,2-propylen-diethylen)terephthalat-copoly(natriumsulfoisophthalatdicarboxylat), ausgetragen. Die Glasübergangstemperatur des sulfonierten Polyesterharzes wurde mittels des bei einer Heizrate von 10°C je Minute arbeitenden, von E.I. DuPont erhältlichen 910 Differential Scanning Calorimeters zu 59,5°C (Beginn) gemessen.

[0035] Das Zahlenmittel des Molekulargewichts des sulfonierten Polyesterprodukts wurde zu 3250 Gramm je Mol gemessen und das Gewichtsmittel des Molekulargewichts wurde zu 5290 Gramm je Mol unter Verwenden von Tetrahydrofuran als Lösungsmittel gemessen. Eine Teilchengröße von 57 Nanometer (volumengewichtet) wurde mittels eines Nicomp Kornklassierers gemessen.

Herstellung von Latexvorratslösungen:

[0036] Submikrondispersionen des entsprechenden sulfonierten Polyesters, wie etwa der vorstehend herge-

stellten, in destilliertem, entionisiertem Wasser wurden durch zuerst Erhitzen des Wassers auf 10°C bis 15°C über die Glasübergangstemperatur des sulfonierten Polyesterpolymers und anschließend langsam Zufügen des Polymers unter Rühren, bis es vollständig dispergiert ist, hergestellt. Die Latizes wiesen üblicherweise eine charakteristische blaue Tönung und Teilchengrößen in dem Bereich von 5 bis 150 Nanometer auf. Die Vorratslösungen sind unbegrenzt stabil.

HERSTELLUNG CHEMISCHER TONER ÜBER EIN SCHRITTWEISES AGGREGATIONSVERFAHREN

BEISPIEL 1

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Cyantoners mit $MgCl_2$:

[0037] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 70 Milliliter einer 1-%igen Lösung von $MgCl_2$ in destilliertem, entionisiertem Wasser in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex war von 31 auf 120 Nanometer angewachsen. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Cyandispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispergiert und wurden anschließend den vorstehenden Latexteilchen zugefügt. Fünfzig (50) weitere Milliliter des 1 %igen $MgCl_2$ wurden anschließend tropfenweise der Lösung zugefügt und die Temperatur wurde 5 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Coulter Counter gemessene Teilchengröße war 3,0 µm (Mikron). Weitere 20 Milliliter 1 %ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe von etwa 5 Gramm entnommen und unter dem Mikroskop betrachtet und es zeigten sich kugelförmige Tonerteilchen, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es ergab sich daraus ein fertiger Cyantoner mit einer Teilchengröße von 5,0 µm (Mikron) und einer GSD von 1,3, wobei der Toner 96,25 Gewichtsprozent sulfonierten Polyester A (DF209) und 3,5 Gewichtsprozent des Cyanpigments umfaßte.

BEISPIEL II

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Cyantoners mit Elektrolyt und $MgCl_2$:

[0038] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester B (DF210) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 30 Milliliter Isotone-II-Lösung (eine Coulterelektrolytlösung) in einen Einliter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex wuchs von 31 auf 120 Nanometer an. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Cyandispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispergiert und wurden anschließend den vorstehenden Latex-A-Teilchen zugefügt. 50 Milliliter 1 %iges $MgCl_2$ wurden der sich daraus ergebenden Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde über einen Zeitraum von 11,75 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Coulter Counter gemessene Teilchengröße war 2,7 µm (Mikron). Weitere 15 Milliliter 1 %ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde ein fertiger Cyantoner mit einer Teilchengröße von 4,1 µm (Mikron) und einer GSD von 1,2 erhalten, wobei der Toner 96,25 Gewichtsprozent sulfonierten Polyester A (DF210) und 3,5 Gewichtsprozent des Cyanpigments umfaßte.

BEISPIEL III

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Cyantoners mit NaCl und $MgCl_2$:

[0039] 150 Milliliter Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) oder B (DF210) und einer Teilchengröße von 31 Nano-

meter enthielt, wurden zusammen mit 31 Milliliter einer 1 gew.-%igen NaCl-Lösung in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex wuchs von 30 auf 120 Nanometer an. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Cyandispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispergiert und wurden anschließend den vorstehenden Latexteilchen zugefügt. 50 Milliliter 1 %iges $MgCl_2$ wurden der sich daraus ergebenden Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde über einen Zeitraum von 11,75 Stunden zwischen 45°C und 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Counter Counter gemessene Teilchengröße war 2,7 μm (Mikron). Weitere 15 Milliliter 1%ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde ein fertiger Cyantoner mit einer Teilchengröße von 4,1 μm (Mikron) und einer GSD von 1,2 erhalten, wobei der Toner 96,25 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 3,5 Gewichtsprozent des Cyanpigments umfaßte.

BEISPIEL IV

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Magentatoners mit $MgCl_2$:

[0040] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) oder B (DF210) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 70 Milliliter einer 1 gew.-%igen Lösung von $MgCl_2$ in destilliertem, entionisiertem Wasser in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex war von 31 auf 120 Nanometer angewachsen. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Magentadispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 80 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispergiert und anschließend den vorstehenden Latexteilchen zugefügt. Weitere fünfzig Milliliter 1 %iges $MgCl_2$ wurden der sich daraus ergebenden Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde 5 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Counter Counter gemessene Teilchengröße war 3,0 μm (Mikron). Weitere 20 Milliliter 1 %ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe, etwa 10 Gramm, entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es ergab sich daraus ein fertiger Magentatoner mit einer Teilchengröße von 5,0 μm (Mikron) und einer GSD von 1,3. Der vorstehend angeführte, sich daraus ergebende Toner umfaßte 95,0 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 5,0 Gewichtsprozent des Magentapigments.

BEISPIEL V

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Magentatoners mit Elektrolyt und $MgCl_2$:

[0041] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) oder B (DF210) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 30 Milliliter Isotone II (eine Coulterelektrolytlösung) in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex wuchs von 31 auf 120 Nanometer an. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Magentadispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispergiert und wurden anschließend den vorstehenden Latexteilchen zugefügt. 50 Milliliter 1 %iges $MgCl_2$ wurden der sich daraus ergebenden Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde über einen Zeitraum von 11,75 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Coulter Counter gemessene Teilchengröße war 2,7 μm (Mikron). Weitere 15 Milliliter 1 %ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde ein fertiger Magentatoner mit einer Größe von 4,1 μm (Mikron) und einer GSD von 1,2 erhalten, wobei der Toner 95,0 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 5,0 Gewichts-

prozent des Magentapigments umfaßte.

BEISPIEL VI

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Magentatoners mit NaCl und MgCl₂:

[0042] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) oder B (DF210) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 30 Milliliter 1 gew.-%iger NaCl-Lösung in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex wuchs von 30 auf 120 Nanometer an. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Magentadisersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispersiert und wurden anschließend den vorstehenden Latexteilchen zugefügt. 50 Milliliter 1 %iges MgCl₂ wurden der sich daraus ergebenden Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde über einen Zeitraum von 11,75 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Coulter Counter gemessene Teilchengröße war 2,7 µm (Mikron). Weitere 15 Milliliter 1 %ige MgCl₂-Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde ein fertiger Magentatoner mit einer Teilchengröße von 4,1 µm (Mikron) und einer GSD von 1,2 erhalten, wobei der Toner 95,0 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 5,0 Gewichtsprozent des Magentapigments umfaßte.

BEISPIEL VII

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Schwarztoners mit MgCl₂:

[0043] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) oder B (DF210) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 70 Milliliter einer 1 gew.-%igen Lösung von MgCl₂ in destilliertem, entionisiertem Wasser in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex war von 31 auf 120 Nanometer angewachsen. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Schwarzdispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispersiert und anschließend den vorstehenden Latexteilchen zugefügt. Weitere fünfzig Milliliter 1 %iges MgCl₂ wurden der Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde 5 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Counter Counter gemessene Teilchengröße war 3,0 µm (Mikron). Weitere 20 Milliliter 1 %ige MgCl₂-Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde ein fertiger Schwarztoner mit einer Teilchengröße von 5,0 µm (Mikron) und einer GSD von 1,3 erhalten, wobei der Toner 94,0 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 6,0 Gewichtsprozent des vorstehenden Schwarzpigments umfaßte.

BEISPIEL VIII

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Schwarztoners mit Elektrolyt und MgCl₂:

[0044] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) oder B (DF210) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 30 Milliliter Isotone II (eine Coulterelektrolytlösung) in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex wuchs von 31 auf 120 Nanometer an. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Gelbdispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispersiert und wurden anschließend den Latexteil-

chen zugefügt. 50 Milliliter 1 %iges $MgCl_2$ wurden der Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde über einen Zeitraum von 11,75 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Coulter Counter gemessene Teilchengröße war 2,7 µm (Mikron). Weitere 15 Milliliter 1 %ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde ein durch einen Coulter Counter bestimmtes, durchgängiges Volumenmittel der Teilchengröße von 4,1 µm (Mikron) bei einer GSD von 1,2 des fertigen Schwarztoners beobachtet und dieser Toner enthielt 94,0 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 6,0 Gewichtsprozent des Schwarzpigments umfaßte.

BEISPIEL IX

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Schwarztoners mit NaCl und $MgCl_2$:

[0045] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 30 Milliliter 1 gew.-%iger NaCl-Lösung in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex wuchs von 31 auf 120 Nanometer an. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Schwarzdispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispersiert und wurden anschließend den vorstehenden Latexteilchen zugefügt. 50 Milliliter 1 %iges $MgCl_2$ wurden der sich daraus ergebenden Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde über einen Zeitraum von 11,75 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Coulter Counter gemessene Teilchengröße war 2,7 µm (Mikron). Weitere 15 Milliliter 1 %ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde eine Teilchengröße des fertigen Schwarztoners von 4,1 µm (Mikron) bei einer GSD von 1,2 beobachtet. Dieser Toner enthielt 94,0 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 6,0 Gewichtsprozent des Schwarzpigments.

BEISPIEL X

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Gelbtoners mit $MgCl_2$:

[0046] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 70 Milliliter einer 1 gew.-%igen Lösung von $MgCl_2$ in destilliertem, entionisiertem Wasser in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex war von 31 auf 120 Nanometer angewachsen. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Gelbdispersion (Sun Chemical 40% Feststoff mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispersiert und anschließend den vorstehenden Latexteilchen zugefügt. Weitere fünfzig Milliliter 1 %iges $MgCl_2$ wurden der Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde 5 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Coulter Counter gemessene Teilchengröße war 3,0 µm (Mikron). Weitere 20 Milliliter 1 %ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde eine Teilchengröße von 5,0 µm (Mikron) bei einer GSD von 1,3 des fertiger Gelbtoners beobachtet, wobei der Toner 92,0 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 8,0 Gewichtsprozent des Gelbpigments enthielt.

BEISPIEL XI

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Gelbtoners mit Elektrolyt und $MgCl_2$:

[0047] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, zusammen mit 30 Milliliter Isotone II (eine Coulterelektrolytlösung) in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden auf etwa 45°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex wuchs von 31 auf 120 Nanometer an. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Gelbdispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispersiert und wurden anschließend den Latexteilchen zugefügt. 50 Milliliter 1 %iges $MgCl_2$ wurden der Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde über einen Zeitraum von 11,75 Stunden bei etwa 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Coulter Counter gemessene Teilchengröße war 2,7 µm (Mikron). Weitere 15 Milliliter 1%ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde ein fertiger Gelbtoner mit einem durch einen Coulter Counter bestimmten, durchgängigen Volumenmittel der Teilchengröße von 4,1 µm (Mikron) und einer GSD von 1,2 beobachtet, wobei dieser Gelbtoner 92,0 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 8,0 Gewichtsprozent des Gelbpigments enthielt.

BEISPIEL XII

Schrittweises Emulsionsaggregationsverfahren zum Herstellen eines chemischen Gelbtoners mit NaCl und $MgCl_2$:

[0048] 150 ml Latex-A-Lösung, die 20 Gewichtsprozent vordispersierten sulfonierten Polyesterfeststoff mit dem vorstehend hergestellten Polyester A (DF209) und einer Teilchengröße von 31 Nanometer enthielt, wurden zusammen mit 30 Milliliter 1 gew.-%iger NaCl-Lösung in einen 1-Liter-Reaktionskessel eingeführt. Der Reaktionskessel wurde 3 Stunden zwischen 50°C und 52°C erhitzt. Die Teilchengröße des Latex erhöhte sich von 31 auf 120 Nanometer. Das Teilchenwachstum war auch aus dem Übergang von einer nahezu klaren, blau getönten Lösung zu sichtbaren, weißen Submikron-Latexteilchen ersichtlich. 3,0 Gramm einer Gelbdispersion (Sun Chemical 40% Feststoff) mit einer mittleren Pigmentgröße von 90 Nanometer wurden mit 150 Milliliter destilliertem, entionisiertem Wasser weiter dispersiert und wurden anschließend den vorstehenden Latexteilchen zugefügt. 50 Milliliter 1 %iges $MgCl_2$ wurden der sich daraus ergebenden Lösung tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde über einen Zeitraum von 11,75 Stunden zwischen 45°C und 50°C gehalten. Das Wachstum der pigmentierten Teilchen war unter einem Labormikroskop deutlich sichtbar und die an einem Counter Counter gemessene Teilchengröße war 2,7 µm (Mikron). Weitere 15 Milliliter 1%ige $MgCl_2$ -Lösung wurden tropfenweise zugefügt und die Temperatur wurde auf 52°C erhöht. Nach 2 Stunden wurde eine Probe entnommen und unter einem Mikroskop betrachtet, das kugelförmige Tonerteilchen zeigte, die sowohl Pigment als auch Polymer enthielten. Es wurde ein fertiger Gelbtoner mit einer Teilchengröße von 4,1 µm (Mikron) und einer GSD von 1,2 erhalten, wobei der Toner 92,0 Gewichtsprozent des sulfonierten Polyesters und 8,0 Gewichtsprozent des Gelbpigments enthielt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Toners, das eine erste Aggregation dispersierter Teilchen eines sulfonierten Polyesters und danach eine zweite Aggregation mit einer Farbmitteldispersion und einem Alkalihalogenid umfaßt.

2. Verfahren des Anspruchs 1, wobei der sulfonierte Polyester in Form dispersierter Teilchen vorliegt und wobei die erste Aggregation durch das Mischen und Erhitzen des sulfonierten Polyesters und eines dikationischen Salzes oder Alkalihalogenids erreicht wird.

3. Verfahren des Anspruchs 1, wobei
(i) der sulfonierte Polyester in Wasser dispersiert wird, wobei sich das Wasser bei einer Temperatur von 40°C bis 95°C oder zwischen 5°C bis 15°C über der Glasübergangstemperatur des Polyesterpolymers befindet und wobei das Dispergieren durch eine bei Geschwindigkeiten von 100 bis 5000 Umdrehungen pro Minute arbei-

tende Polytron Hochgeschwindigkeitsscherapparatur bewerkstelligt wird, wodurch die Bildung von Teilchen in Submikrongröße ermöglicht wird;

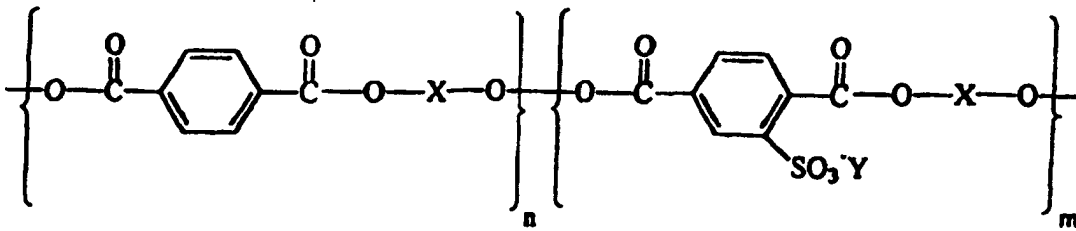
(ii) eine erste Aggregation der dispergierten Teilchen des sulfonierten Polyesters zu größeren Submikronteilchen von 50 bis 200 Nanometer durch die Zugabe einer ein monokationisches Salz, ein dikationisches Salz oder eine Elektrolytlösung enthaltenden Lösung erreicht wird;

(iii) eine Farbmitteldispersion mit 20 bis 50 Gewichtsprozent vordispersiertem Farbmittel in Wasser mit einer mittleren Farbmittelgröße im Bereich von 50 bis 150 Nanometer zugefügt wird, wobei die Dispersion mit entionisiertem Wasser weiter verdünnt wird, und die Aggregationsrate durch die tropfenweise Zugabe des Salzes oder des Elektrolyten gesteuert wird und anschließend nahe der Aggregationstemperatur von 40°C bis 60°C erhitzt wird, bis Aggregate in Tonergröße erhalten werden, wie sowohl durch Lichtmikroskopie als auch Counter-Counter-Teilchengrößenmessungen festgestellt wird; abgekühlt wird und

(iv) die Tonerzusammensetzung oder die Tonerteilchen isoliert werden und

(v) die Tonerteilchen getrocknet werden.

4. Verfahren des Anspruchs 2, wobei der sulfonierte Polyester von der Formel



ist, worin Y ein Alkalimetall ist, X ein Glykol ist und n und m die Anzahl der Segmente darstellen.

5. Verfahren des Anspruchs 2 oder 4, wobei die erste Aggregation durch Erhöhen der Ionenstärke des sulfonierten Polyesters durch den Zusatz eines monokationischen Salzes erreicht wird.

6. Verfahren des Anspruchs 1 oder 3, wobei ein farbiger Toner mit einer engen GSD im Bereich von 1,18 bis 1,28 erhalten wird.

7. Verfahren eines der Ansprüche 2, 4 oder 5, wobei der Oberfläche des gebildeten Toners aus sulfoniertem Polyester und Farbmittel Metallsalze, Metallsalze von Fettsäuren, Siliziumoxide, Metalloxide oder Gemische daraus jeweils in einer Menge von 0,1 bis 10 Gewichtsprozent des erhaltenen Toners zugesetzt werden.

8. Verfahren eines der Ansprüche 2, 4, 5 oder 7, wobei der Polyester ein sulfonierter Random-Copolyester ist, der auf Molprozentgrundlage der sich wiederholenden Polymereinheit ungefähr 0,47 Terephthalat/0,03 Natriumsulfoisophthalat/0,475 1,2-Propandiol/0,025 Diethylenglykol umfaßt und wobei der Polyester ein M_w von etwa 3790, ein M_n von etwa 2560 und eine Tg von etwa 54,6°C besitzt.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen