

## 機能性フィルムの硬さ測定

機能性フィルムとはベースとなるフィルムにコーティングや蒸着などの表面処理、ラミネートのような多層化加工、プリンティングなどを行い、新たな機能・価値を付与したフィルムです。我々の身近にあるスマートフォンやタブレットPCの液晶画面、飲食店のオーダーシステムやカーナビのタッチパネルなどにも機能性フィルムは使用されており、電機・自動車・エネルギー・ライフサイエンス・包装などの分野で幅広く利用されています。機能性フィルムは今後更なる高付加価値化が期待されています。

機能性フィルムは使用に耐えうる耐久性や形成にかかわる柔軟性などの物性評価が必要です。機能性フィルムの傷のつきやすさの評価にはこれまで鉛筆硬度が使われていますが、ここでは超微小硬度計 DUH™-211 を使用し、機能性フィルムの評価をマルテンス硬さ測定で行った例をご紹介します。

C.Oya

### ■ 鉛筆硬度とマルテンス硬さ

表 1 に JIS K5600-5-4:1999 (ISO/DIS 15184:1996) による鉛筆硬度試験の手順概要、図 1 に鉛筆硬度試験の模式図を示します。鉛筆硬度は、鉛筆の芯で試料面を 7 mm 以上の長さ押し傷跡が生じなかった最も硬い鉛筆の硬度が用いられ、HB、H などの記号で表記されます。

表 1 JIS K5600-5-4 による鉛筆硬度試験の手順概要

手順概要	
・	鉛筆の芯を 5~6 mm 露出させ、鉛筆の芯の先端を平らにする。
・	鉛筆の芯が塗膜面に対し 45° に接するよう、荷重 750 g で押し 0.5~1 mm/s の速度で少なくとも 7 mm の距離を水平に押す。
・	肉眼で塗面を検査。
・	傷跡が生じなかった最も硬い鉛筆の硬度を鉛筆硬度という。

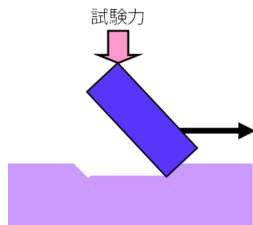


図 1 鉛筆硬度試験の模式図

表 2 ISO 14577-1 によるマルテンス硬さ試験の手順概要

手順概要	
・	電磁力により圧子を試料に押し付ける
・	試料に圧子を押し込む過程で、圧子の試料への押し込み深さを自動計測
・	加えた試験力とその時の押し込み深さから硬さを自動で算出

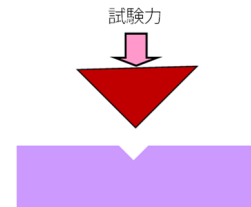


図 2 マルテンス硬さ試験の模式図

表 2 に ISO 14577-1 によるマルテンス硬さ試験の手順概要を、図 2 にマルテンス硬さ試験の模式図を示します。マルテンス硬さは三角すいのダイヤモンド圧子を試料の表面に押し込み、圧子の押込深さを測定し、くぼみを付けたときの試験力と負荷状態におけるくぼみの表面積から自動的に算出されます。

機能性フィルムの硬度測定には一般的に鉛筆硬度が用いられますが、鉛筆の消耗による誤差や目視判定による不確かさの懸念があります。今回は薄膜の硬度評価手法として用いられるマルテンス硬さ試験を行いました。本試験方法では、一般的な硬さ試験で必要なくぼみの大きさの測定が不要なことから、測定者による誤差要因を排除でき、より微小領域の硬さを測定できます。

### ■ 試験条件

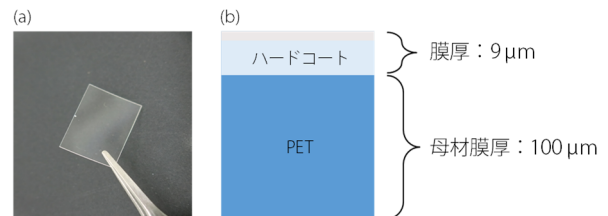
表 3 に試料情報、表 4 に測定条件、図 3 に試料画像を示します。試料は母材 PET に 9 μm のハードコートを施した鉛筆硬度既知の機能性フィルム 3 種類で、スライドガラスに接着剤で固定して測定しました。

表 3 試料情報

試料	: 機能性フィルム 3 種
膜厚	: ハードコート 9 μm、PET 100 μm
鉛筆硬度	: ①3H、②H、③H

表 4 試料情報

最大試験力	: 1000、500、100、20、4 [mN] の 5 種
試験速度	: [最大試験力]/10 sec



提供：機能性フィルム研究会事務局

図 3 試料画像

(a)機能性フィルムの画像 (b)断面の模式図

## ■結果(1)マルテンス硬さの測定結果

表5に測定結果(各7点の平均値)、図4に試験力-深さグラフ、図5にマルテンス硬さの平均値を示します。5種の測定条件のうち、それぞれ最大試験力4mN時と最大試験力1000mN時の2種の結果を示しています。最大試験力4mNの試験では押し込み深さが約0.7μmとなり、ハードコートの膜厚9μmより十分小さいため、ハードコートのみを評価していると推測されます。一方、最大試験力1000mNの試験では押し込み深さが約14μmとなり、ハードコートに加えて母材PETまで押し込みした測定となっています。なお、JIS K5600-5-4において鉛筆硬度試験では750gf(≒7.35N)の試験力を用いることが記載されており、母材PETまで押し込みした測定と想定されます。それぞれの硬さの順は以下の通りです。

最大試験力4mN: ①3H > ②H > ③H  
最大試験力1000mN: ①3H > ②H ≧ ③H

試験力4mNでは②と③で硬さに差が見られ、鉛筆硬度試験で得られなかった硬度の差を確認できました。

表5 測定結果

サンプル		①	②	③
鉛筆硬度		3H	H	H
HMT115(4)*	[N/mm <sup>2</sup> ]	251	207	172
HMT115(1000)*	[N/mm <sup>2</sup> ]	192	179	176
hmax(4)*	[μm]	0.62	0.69	0.78
hmax(1000)*	[μm]	13.9	14.4	14.6

HMT115 : マルテンス硬さ [N/mm<sup>2</sup>]  
hmax : 押し込み深さ [μm]

\* (4)は最大試験力4mNの測定を示す。  
(1000)は最大試験力1000mNの測定を示す。

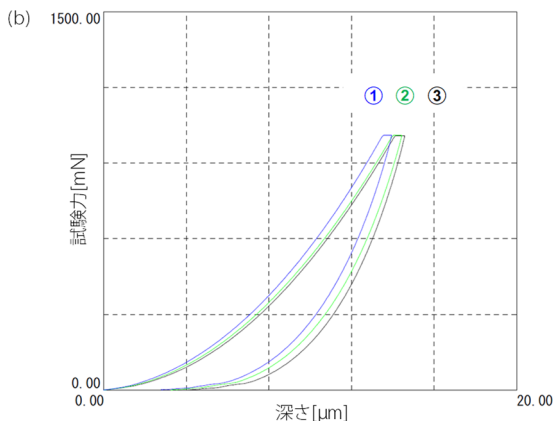
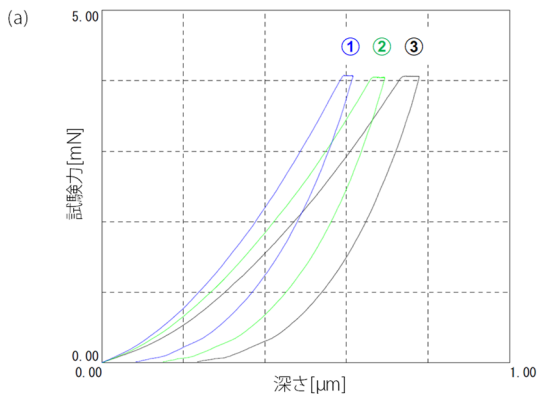


図4 試験力-深さグラフ  
(a)最大試験力4mN (b)最大試験力1000mN時

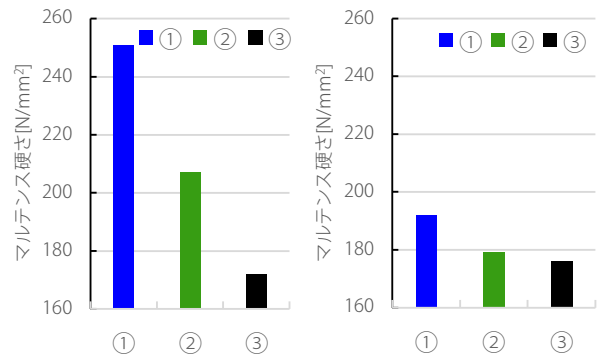


図5 マルテンス硬さの平均値  
(a)最大試験力4mN時 (b)最大試験力1000mN時

## ■結果(2)母材の影響について

図6にマルテンス硬さ-押し込み率を示します。試験力1000、500、100、20、4[mN]における押し込み率(押し込み量をハードコートの膜厚9μmで割った値)をプロットしています。押し込み率の小さい領域では硬さは一定値となっており押し込み率が0.2を超えると押し込み率1.5の数値に徐々に近づいていく傾向が見られます。押し込み率0.2まではハードコートの硬さを示していると推測されますが押し込み率が大きくなるにつれて母材の硬さの影響を大きく受けていくことが分かります。なお、ISO 14577-1では母材の硬さの影響を受けないよう、押し込み率0.1以下で試験することと記載されています。

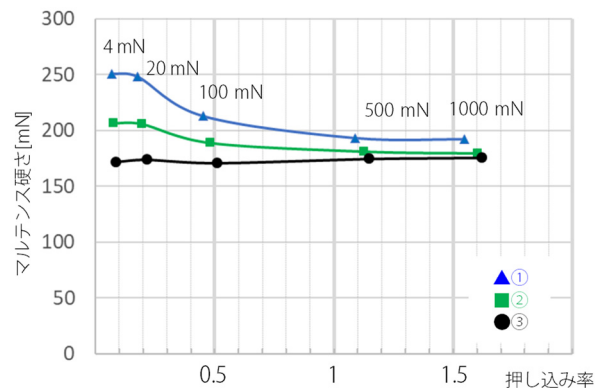


図6 マルテンス硬さ-押し込み率グラフ

## ■まとめ

機能性フィルムの評価には、その簡便さから鉛筆硬度試験が用いられていますが、機能性フィルムの用途の多様化に伴い、測定者の目視による判定や消耗する鉛筆での試験といった定量化の難しさが懸念されています。DUH-211による硬さ測定はこれらの人為的誤差や測定粗さといった課題を解消し、より定量的な硬さ評価を行うことができます。本試験に用いたサンプル①②③はそれぞれ異なる硬さとなるよう作成されており、マルテンス硬さの評価を用いることで想定した硬さの順にその差を確認できました。本試験では従来の鉛筆硬度試験では判別できなかったサンプル①②③の硬さの違いをDUH-211により定量測定できました。

またDUH-211ではマルテンス硬さ以外にも弾性率や、クリーブ、押し込み仕事率など物性値を算出できるため、フィルムの物性評価の一手法として多くの情報を得ることができます。

DUHは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

**株式会社 島津製作所**

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年6月

島津コールセンター ☎0120-131691  
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。