



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110702703 A

(43)申请公布日 2020.01.17

(21)申请号 201910843744.2

(22)申请日 2019.09.06

(71)申请人 中国科学院生物物理研究所
地址 100101 北京市朝阳区大屯路15号

(72)发明人 季刚 黄小俊 孙飞

(74)专利代理机构 北京中强智尚知识产权代理
有限公司 11448

代理人 黄耀威

(51)Int.Cl.

G01N 23/04(2018.01)

G01N 23/20025(2018.01)

H01J 37/20(2006.01)

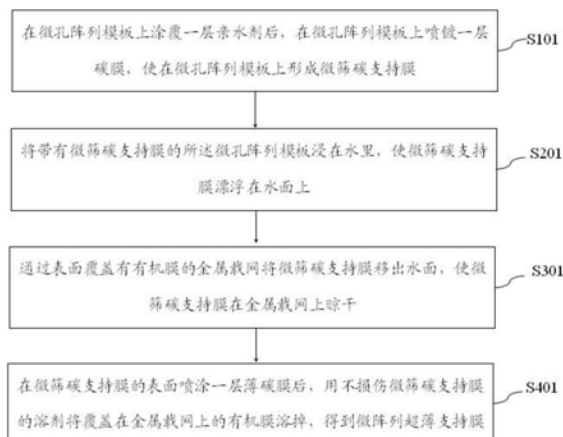
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,包括:在微孔阵列模板上涂覆一层亲水剂后,在所述微孔阵列模板上涂覆一层碳膜,使在所述微孔阵列模板上形成微筛碳支持膜;将带有所述微筛碳支持膜的所述微孔阵列模板浸在水里,使所述微筛碳支持膜漂浮在水面上;通过表面覆盖有有机膜的金属载网将所述微筛碳支持膜移出水面,使所述微筛碳支持膜紧贴在金属载网上的有机膜上并在所述金属载网上晾干;在所述微筛碳支持膜的一侧表面喷涂一层薄碳膜,用不损伤所述微筛碳支持膜的溶剂将覆盖在所述金属载网上的有机膜溶掉,得到微阵列超薄支持膜。本发明提供的微阵列超薄支持膜的制备方法具有工艺简单、效率高、适合大规模工业生产的优点。



1. 一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,其特征在于,包括:

在微孔阵列模板上涂覆一层亲水剂后,在所述微孔阵列模板上喷镀一层碳膜,使在所述微孔阵列模板上形成微筛碳支持膜;

将带有所述微筛碳支持膜的所述微孔阵列模板浸在水里,使所述微筛碳支持膜漂浮在水面上;

通过表面覆盖有有机膜的金属载网将所述微筛碳支持膜移出水面,使所述微筛碳支持膜在所述金属载网上晾干;

在所述微筛碳支持膜的表面喷涂一层薄碳膜后,用不损伤所述微筛碳支持膜的溶剂将覆盖在所述金属载网上的有机膜溶掉,即可得到微阵列超薄支持膜。

2. 根据权利要求1所述的一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,其特征在于,所述金属载网是由铜箔、镍箔、金箔、钼箔、不锈钢箔中的一种或几种制备而成的直径为3mm的透射电镜实验用金属载网。

3. 根据权利要求1所述的一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,其特征在于,所述有机膜包括方华膜或火棉胶膜。

4. 根据权利要求3所述的一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,其特征在于,所述方华膜的制备方法,包括:

将方华粉溶解在氯仿溶液中,制备得到质量百分比浓度为0.2~0.4%的方华溶液;

将载玻片垂直插入所述方华溶液中并静置约半分钟,再匀速地将所述载玻片提出;

将吸附有所述方华溶液的所述载玻片置于空气中晾干,使所述载玻片的表面形成方华膜,再用刀片沿所述载玻片边沿把所述方华膜划开;

将晾干的载玻片垂直插入干净的水中,使所述方华膜从载玻片脱离,即可得到所述方华膜。

5. 根据权利要求1所述的一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,其特征在于,所述不损伤所述碳膜的溶剂的溶剂为三氯甲烷。

6. 根据权利要求1所述的一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,其特征在于,所述微筛碳支持膜的厚度为10-30nm。

7. 根据权利要求1所述的一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,其特征在于,所述薄碳膜的厚度小于8nm。

一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于透射电镜样品支持膜制备方法技术领域,具体涉及一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法。

背景技术

[0002] 透射电子显微镜可在纳米甚至原子尺度对物质的形态、结构进行表征,因此广泛应用于生命科学、医学、物理、材料、化学等领域。目前,透射电子显微镜样品通常用带有小孔的金属载网支持,而支持载网上通常覆盖有有机膜或碳膜。特别对于纳米材料、低温冷冻生物样品等的观察,通常用支持膜上带有小孔的微筛膜以使样品在小孔中获得低背景的图像。而微孔大小一致,分布规则的阵列微筛膜则为样品的观察一致性、及图像数据的自动化收集带来很大的便利性,广泛受到人们的欢迎和使用。由于为了解决某些大分子在冷冻样品制备中不容易分布在孔里的问题,人们通常在多孔碳膜上再铺一层超薄碳膜,以增加大分子在孔内的分布浓度,同时也保证低的背底噪音。这种铺有超薄碳膜的微筛阵列支持膜在大分子的负染色方法中也经常使用,主要为小尺寸蛋白提供更好的图像信噪比。

[0003] 目前,制备此类微阵列超薄碳支持膜采用捞取法,这种制备方法包括:首先,在洁净的云母片上用热蒸发的方法喷一层超薄碳膜,厚度通常小于5nm;然后把超薄碳膜漂浮在水面上,用镊子夹着一枚微筛(或微筛阵列)支持膜去捞取超薄碳膜,放在滤纸上晾干。用这种方法制备微筛(或微筛阵列)超薄碳支持膜效率低,需一枚一枚的制备,而且超薄碳膜容易破损、起皱。同时,该方法不能保证超薄碳膜与微筛阵列支持膜贴合紧密没有缝隙。

发明内容

[0004] 针对上述现有技术存在的不足之处,本发明提供了一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法。

[0005] 本发明的目的是通过以下技术方案来实现的:

[0006] 一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,包括:

[0007] 在微孔阵列模板上涂覆一层亲水剂后,在所述微孔阵列模板上喷镀一层碳膜,使在所述微孔阵列模板上形成微筛碳支持膜;

[0008] 将带有所述微筛碳支持膜的所述微孔阵列模板浸在水里,使所述微筛碳支持膜漂浮在水面上;

[0009] 通过表面覆盖有有机膜的金属载网将所述微筛碳支持膜移出水面,使所述微筛碳支持膜在所述金属载网上晾干;

[0010] 在所述微筛碳支持膜的表面喷涂一层薄碳膜后,用不损伤所述微筛碳支持膜的溶剂将覆盖在所述金属载网上的有机膜溶掉,即可得到微阵列超薄支持膜。

[0011] 进一步的,所述金属载网是由铜箔片、镍箔片、金箔片、钼箔片、不锈钢箔片中的一种或几种制备而成的直径为3mm的透射电镜实验用金属载网。

[0012] 进一步的,所述有机膜包括方华膜或火棉胶膜。

- [0013] 进一步的,所述方华膜的制备方法,包括:
- [0014] 将方华粉溶解在氯仿溶液中,制备得到质量百分比浓度为0.2~0.4%的方华溶液;
- [0015] 将载玻片垂直插入所述方华溶液中并静置约半分钟,再匀速地将所述载玻片提出;
- [0016] 将吸附有所述方华溶液的所述载玻片置于空气中晾干,使所述载玻片的表面形成方华膜,再用刀片沿所述载玻片边沿把所述方华膜划开;
- [0017] 将晾干的载玻片垂直插入干净的水中,使所述方华膜从载玻片脱离,即可得到所述方华膜。
- [0018] 进一步的,所述不损伤所述碳膜的溶剂的溶剂为三氯甲烷。
- [0019] 进一步的,所述微筛碳支持膜的厚度为10-30nm。
- [0020] 进一步的,所述薄碳膜的厚度小于8nm。
- [0021] 本发明提供的一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,通过将微筛碳支持膜涂覆或转移到金属载网表面覆盖的有机膜上,在微筛碳支持膜的表面喷涂一层薄碳膜后,再将金属载网上的有机膜溶掉后,使薄碳膜与厚的微筛碳支持膜形成一个整体,即可得到微阵列超薄支持膜,本发明提供的微阵列超薄支持膜的制备方法不但具有工艺简单、成本低廉、效率高、适合大规模工业生产的优点,而且所制备的超薄支持膜还具有破损率低和导电性好的优点。

附图说明

- [0022] 图1为本发明示例性实施例的一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法的流程示意图;
- [0023] 图2为本发明示例性实施例的一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法的流程示意图。

具体实施方式

- [0024] 下面将结合实施例对本发明的实施方案进行详细描述,但是本领域技术人员将会理解,下列实施例仅用于说明本发明,而不应视为限制本发明的范围。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。
- [0025] 如图1所示,一种透射电镜分析用微阵列超薄支持膜的制备方法,其特征在于,包括:
- [0026] S101、在微孔阵列模板上涂覆一层亲水剂后,在微孔阵列模板上喷镀一层碳膜,使在微孔阵列模板上形成微筛碳支持膜;
- [0027] S201、将带有微筛碳支持膜的微孔阵列模板浸在水里,在亲水剂与水的作用下,微筛碳支持膜从微孔阵列模块上剥离下来,使微筛碳支持膜漂浮在水面上;
- [0028] S301、在金属载网上涂覆或捞上一层不溶于水的有机膜,再通过表面覆盖有有机膜的金属载网将微筛碳支持膜移出水面,使微筛碳支持膜在金属载网上晾干;
- [0029] S401、在微筛碳支持膜的表面喷涂一层薄碳膜后,将金属载网放置在不损伤微筛

碳支持膜的溶剂中,使覆盖在金属载网上的有机膜被溶剂溶掉,即可得到微阵列超薄支持膜。

[0030] 作为一优选实施方式,金属载网是由铜箔片、镍箔片、金箔片、钼箔片、不锈钢箔片中的一种或几种制备而成的直径为3mm的透射电镜实验用金属载网。

[0031] 作为一优选实施方式,有机膜为方华膜,如图2所示,有机膜的制备方法包括:

[0032] S301-1、将方华粉溶解在氯仿溶液中,制备得到质量百分比浓度为0.2~0.4%的方华溶液;

[0033] S301-2、将载玻片垂直插入方华溶液中并静止半分钟,再匀速地将载玻片提出;

[0034] S301-3、将吸附有方华溶液的载玻片置于空气中晾干,使所述载玻片的表面形成方华膜,再用刀片沿载玻片边沿把方华膜划开;

[0035] S301-4、将晾干的载玻片垂直插入干净的水中,使方华膜从载玻片脱离,即可得到方华膜。

[0036] 其中,在将载玻片垂直匀速地插入方华溶液中前,对载玻片进行清理,其步骤包括:

[0037] 将载玻片全浸入到乙酸浓度为2%的水溶液中后,经超声波清洗5min;

[0038] 将载玻片脱离乙酸水溶液,并用超纯水清洗三遍,洗去铜网上残留的乙酸;

[0039] 通过100%乙醇漂洗载玻片后,将清洗好的载玻片放入烘箱中烘干或自然烘干,即可得到干净的载玻片。

[0040] 作为一优选实施方式,不损伤所述碳膜的溶剂的溶剂为三氯甲烷。

[0041] 作为一优选实施方式,微筛碳支持膜的厚度为10-30nm。

[0042] 作为一优选实施方式,薄碳膜的厚度小于8nm。

[0043] 上述实施例仅作为用以解释本发明的典型实例,并非对本发明作任何形式上的限制,凡在相同发明精神下所作有关本发明的任何修饰或变更,都应包括在本发明意图保护的范畴之内,即以熟悉此项技术者,可以不脱离本发明的基本原理下将其外观作不同形状的变化,以图达到等同或类似效果,然其均应被视为未脱离以上所述的专利范围所界定中。

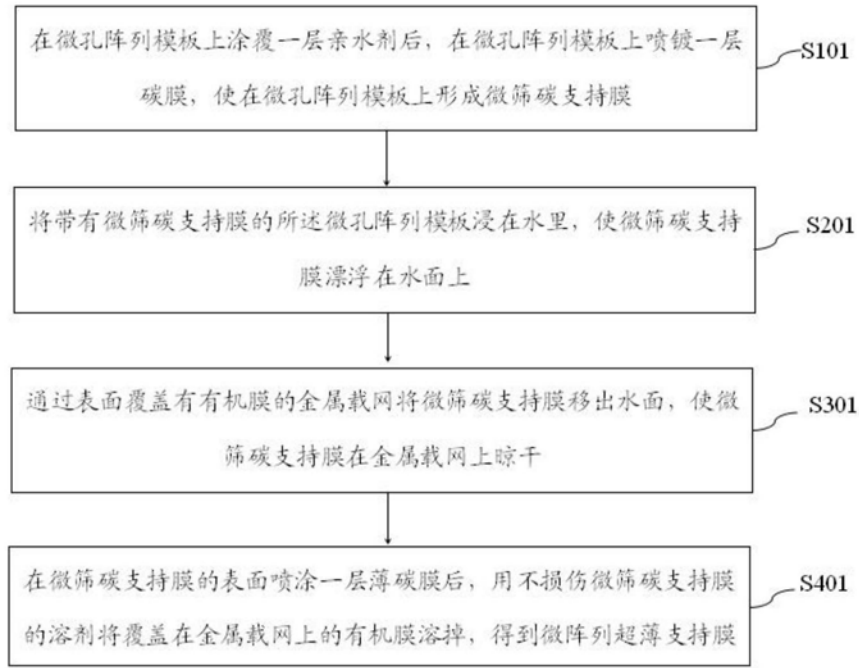


图1

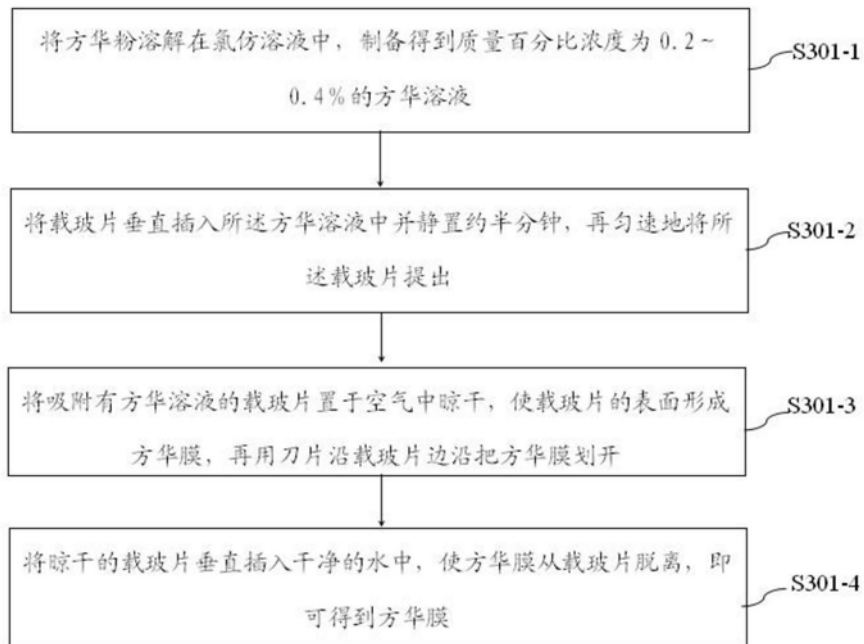


图2