

3.1 Descripció de l'aparell¹³⁶

El microscopi electrònic es essencialment un tub de raigs catòdics en el que es fa el buit. Des del càtode, que és un filament de tungstè escalfat pel pas d'un corrent elèctric, s'emeten electrons que són atrets per l'alt potencial elèctric positiu de l'ànode que conté un forat per on passa el feix electrònic. Aquest feix s'enfoca mitjançant una o dues lents, anomenades condensadores, sobre la preparació de la mostra. En aquest punt, en xocar els electrons amb la preparació, com que aquesta no és uniforme, uns electrons es dispersen del feix i altres no. Els que no es dispersen continuen la seva trajectòria fins a una lent anomenada objectiu, que obté la corresponent imatge augmentada, i els electrons continuen el seu curs a través d'una o dues lents més anomenades projectores, les quals proporcionen imatges encara més grans que són recollides sobre una pantalla fluorescent o sobre una placa fotogràfica amb la finalitat de fer-les visibles.

Degut a que el microscopi òptic és suficientment conegut en l'àmbit científic, tot seguit en farem una comparació amb el microscopi electrònic. A la Taula 20 es mostren les diferències més importants entre els dos tipus de microscopis¹³⁶.

Microscopi		Òptic	Electrònic	
Radiació		Llum	Electrons	
Medi		Aire	Buit	
Lent	Naturalesa	Vidre	Camp elèctric o magnètic	
	Distància focal	Fixa	Variable	
	Sistema d'enfoc	Mecànic	Elèctric	
Augments	Màxim	1.500-2.000 X	200.000-500.000 X	
	Control	Canvi de lents	Si	No
		Continu	No en general	Si
Poder resolutiu		2.000 Å	5 Å	
Formació de la imatge per		Absorció diferencial	Dispersió d'electrons	
Contrast de la imatge		Elevat	Reduït	
Penetració de la radiació		Gran	Petitíssima	

Taula 20: característiques dels microscopis òptic i electrònic

Es pot dir que l'estructura d'un microscopi òptic no difereix excessivament de la d'un microscopi electrònic. Tots dos microscopis estan dividits essencialment en tres parts: el sistema d'il·luminació, el microscopi pròpiament dit i el sistema de visualització de la imatge.

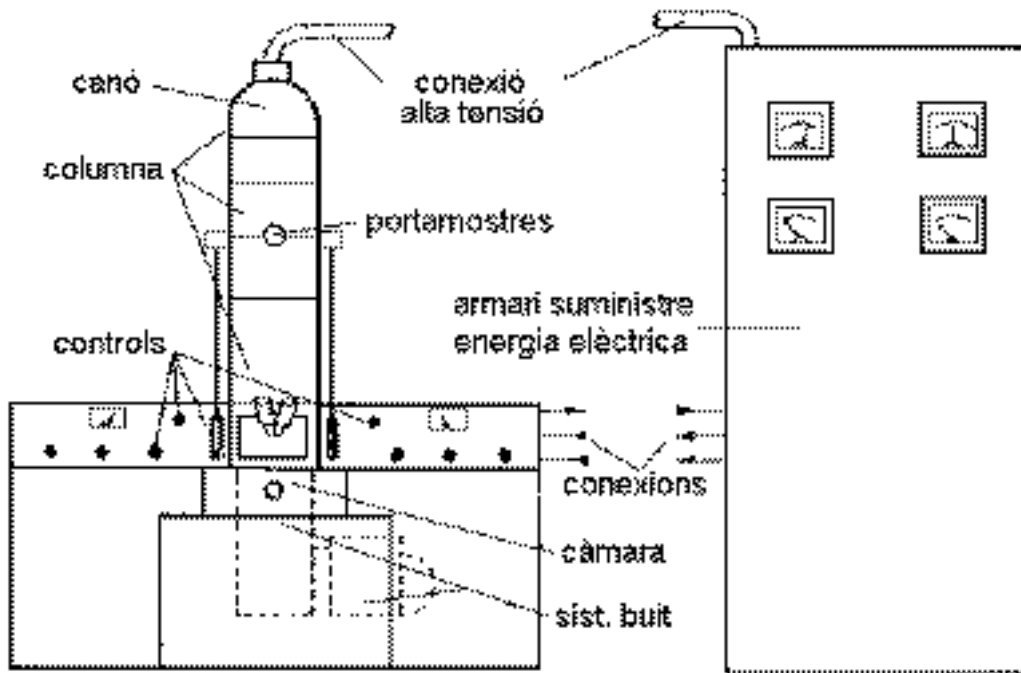


Figura 201: estructura d'un microscopi electrònic

Generalitzant, podem dividir el microscopi electrònic en 5 parts (Figura 201): la columna (inclou la part essencial del microscopi, és a dir la font d'electrons, les lents, la preparació, etc.), el sistema de buit, la font d'energia elèctrica, sistemes auxiliars (refrigeració, etc.) i els controls de l'aparell.

3.2 Preparació de la mostra¹³⁶

En aquesta tècnica s'anomena **preparació** al resultat final de la preparació de la mostra, i està constituïda per tres elements:

- Reixeta: és la base del portaobjectes en microscòpia electrònica.
- Membrana de suport: situada damunt de la reixeta i a sobre de la qual es col·loca l'objecte a estudiar. Aquesta membrana ha de ser molt fina i pot ser de diferents materials. En l'estudi realitzat en aquest treball les membranes utilitzades eren de formvar (nom comercial d'un compost plàstic de polivinil formol).
- L'objecte a estudiar.

Un dels problemes més importants d'aquesta tècnica és la necessitat de que les mostres siguin el més primes possibles. Aquesta necessitat es fonamenta en l'escassa penetració dels electrons i en la gran profunditat del focus del microscopi electrònic¹³⁶. Per altre banda però, l'observació de mostres molt primes comporta

el problema de la falta de contrast de les imatges obtingudes. Aquests fets han provocat la introducció de tècniques especials per obtenir objectes aptes per a ser observats mitjançant el microscopi electrònic, de les quals destacariem la **tinció**, les **rèpliques** i l'**ombrejat**.

Tinció: en microscòpia electrònica és freqüent obtenir imatges dolentes per falta de contrast. La tècnica de la tinció consisteix en augmentar el contrast sotmetent una mostra prima a un tractament amb solucions de metalls pesants o amb les seves sals. És important remarcar que aquestes substàncies es dipositen sobre les estructures i els proporcionen la propietat d'incrementar la dispersió dels electrons del feix quan són observades pel microscopi. Substàncies d'aquest tipus són per exemple compostos d'urani (acetat), de tungsté (sals de l'àcid fosfotúngstic) o de plom (òxid, hidròxid, etc.).

Rèpliques: són motlles o empremtes molt perfectes i primes de l'objecte (mostra) a estudiar. Aquestes rèpliques es realitzen mitjançant la irradiació de la mostra amb vapors d'un metall pesant (or, pal·ladi, platí, tungsté, platí-carboni, etc.) i una posterior irradiació amb vapors de carboni (suport físic). Després se separa la rèplica de la mostra per dissolució d'aquesta.

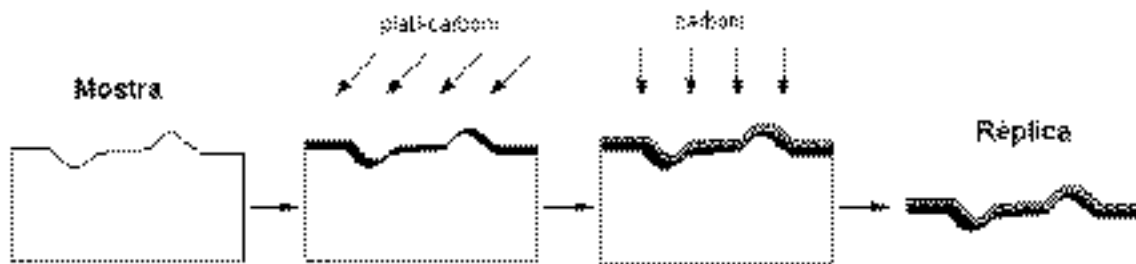


Figura 202: esquema del procés de formació d'una rèplica

Ombrejat: consisteix en irradiar l'objecte amb vapors d'un metall pesant, col·locant-lo de tal forma que rebi la radiació en un angle suficientment petit com perquè es formi una ombra al costat de l'objecte que rebel·li les característiques de la seva estructura (exemple a la Figura 203). Actualment l'ombrejat és una tècnica complementària a la formació de les rèpliques.

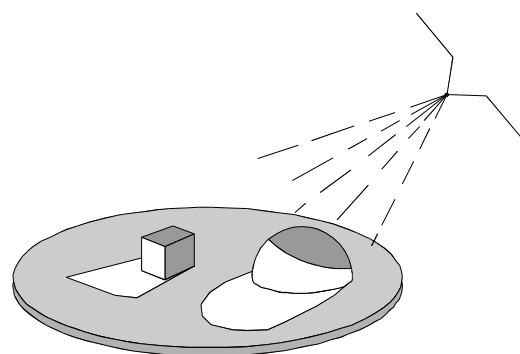


Figura 203

Per tal de poder aplicar alguna de les tècniques anteriors, el que s'ha de fer en primer lloc és fixar la mostra. La **fixació** consisteix a sotmetre la mostra a uns processos físics o químics que permetin conservar indefinidament l'estructura de la mostra. La fixació permet en mostres biològiques observar-les com si estiguessin vives. En els nostres estudis de molècules tensioactives la fixació també és molt important, ja que ens permet veure els agregats tal i com es troben en la solució. La fixació química és la que s'utilitza més freqüentment en mostres biològiques i com a fixadors s'utilitzen: tetròxid d'osmi, permanganat potàssic, paraformaldehid, etc. En canvi en les mostres de tensioactius, s'utilitza un tipus de fixació física anomenada **criofixació**, en la qual la fixació és per congelació sobtada de la mostra. Una tècnica que utilitza aquest tipus de fixació és la criofractura.

Criofractura: en primer lloc, cal no oblidar que no és possible observar mostres en solució mitjançant el microscopi electrònic perquè a dins de l'aparell s'hi realitza el buit. La tècnica de la criofractura pretén solucionar aquest problema mitjançant l'observació d'una rèplica de la mostra congelada. S'utilitza un gas líquid (età o propà), el qual provoca una congelació molt ràpida de la solució aquosa de la mostra (criofixació). Així s'aconsegueix que l'aigua no formi cristalls sinó que esdevingui sòlida amb una estructura que s'acosta a una vitrificació. A continuació es fractura la mostra (Figura 204), i finalment es realitza la rèplica.

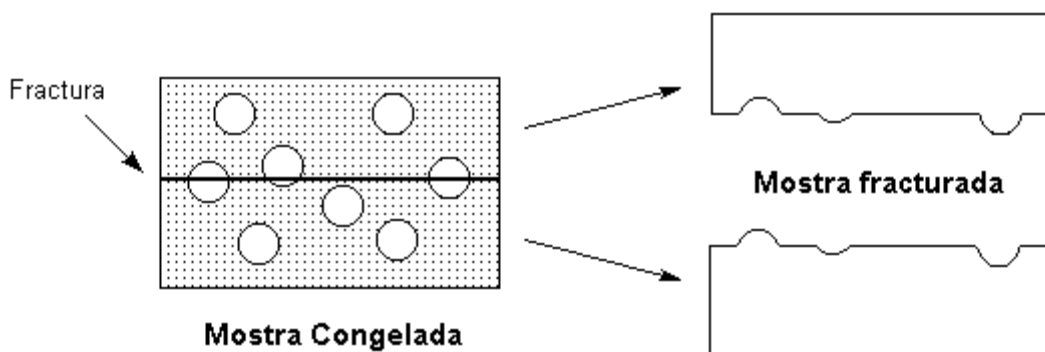


Figura 204: procés de fractura d'una mostra congelada

3.3 Resultats

En primer lloc, cal destacar que aquest és el primer treball en el nostre grup on s'estudia l'agregació de compostos ambifílics amb aquesta tècnica, i un dels pocs treballs en els que s'ha fet ús d'aquesta tècnica per estudiar agregats amb substàncies ambifíliques a Catalunya. Aquest fet ha comportat que s'hagi col·laborat amb diferents especialistes en aquesta tècnica a fi de posar a punt un mètode que permeti estudiar els nostres compostos.

En el present treball s'han assajat dues tècniques diferents en la preparació de la mostra, la de l'augment de contrast i la criofractura. Les mostres utilitzades van ser: el lligand **11b**, el lligand **12**, la fosfina comercial TPPTS, i els seus respectius complexos de pal·ladi.

Per tenir una idea aproximada del que representen les mides dels objectes observats mitjançant el microscopi, la Figura 205 mostra l'estructura del lligand **11b** obtinguda amb l'ajut d'un software informàtic¹³⁷ que calcula d'una manera aproximada les distàncies entre àtoms.

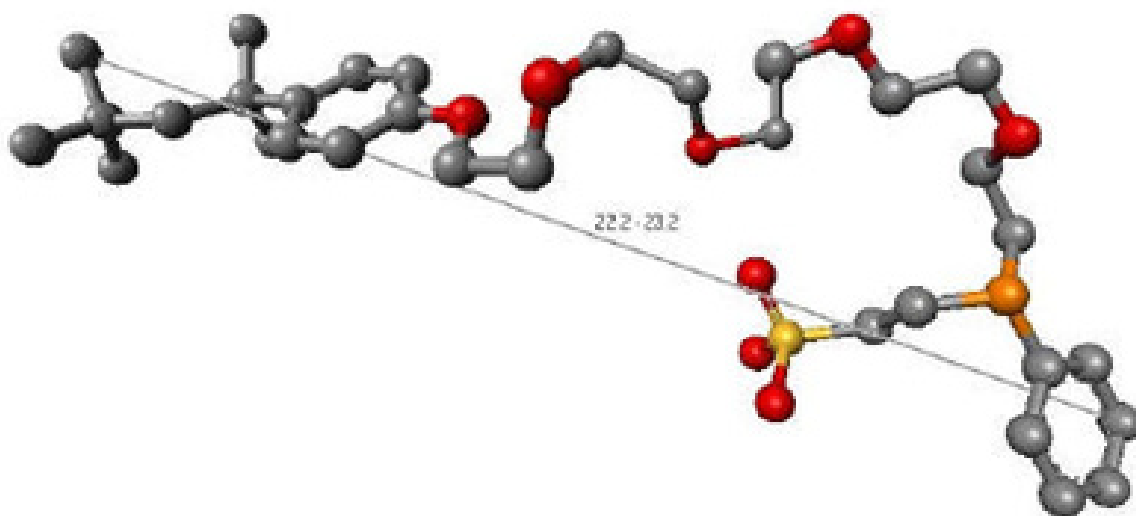


Figura 205: Representació del lligand **11b** mitjançant el software Web Lab Viewer Pro

Així vàrem obtenir que la distància aproximada d'un extrem a l'altre de la nostra fosfina **11b** era d'uns 23Å, i de la mateixa manera pel lligand **12** vam obtenir un valor aproximat de 50Å.

En els següents apartats es comenten les tècniques utilitzades en la preparació de la mostra i els resultats obtinguts en cada cas.

3.3.1 Tinció

Tal com hem comentat en l'apartat 3.2, un dels problemes a l'hora d'observar una mostra a través del microscopi és la manca de contrast. Així, en els primers experiments de microscòpia electrònica es varen preparar solucions aquoses del lligand **11b** i del complex $[\text{PdCl}_2(\mathbf{11b})_2]$ en unes concentracions similars a les utilitzades en altres estudis (0.05M).

A partir d'aquí es va dipositar una gota de la solució damunt d'una reixeta, la deixarem durant uns 30 segons i mitjançant un tros de paper secant vam extreure l'excés de la gota per tal que quedés una petita pel·lícula de solució damunt de la reixeta. A continuació la vam deixar evaporar lentament dins d'un dessecador. Una vegada es va evaporar, vam afegir-hi una gota d'una solució d'una sal de l'àcid fosfotúngstic, la funció del qual és augmentar el contrast, i tot seguit vam evaporar-la. Finalment es procedeix a l'observació de la mostra en el microscopi.

RESULTATS: en les mostres de lligand **11b** s'observen uns cercles d'un diàmetre aproximat entre 20 i 30 nm. Pensem en la possibilitat de que aquests cercles siguin agregats de tipus micel·lar o bé de tipus microvesicular. En canvi en l'observació de les mostres de complex no vam apreciar cap tipus d'estructura.

A la Figura 206 es poden observar dues de les fotografies de les mostres de lligand realitzades a 50.000 i a 100.000 augments.

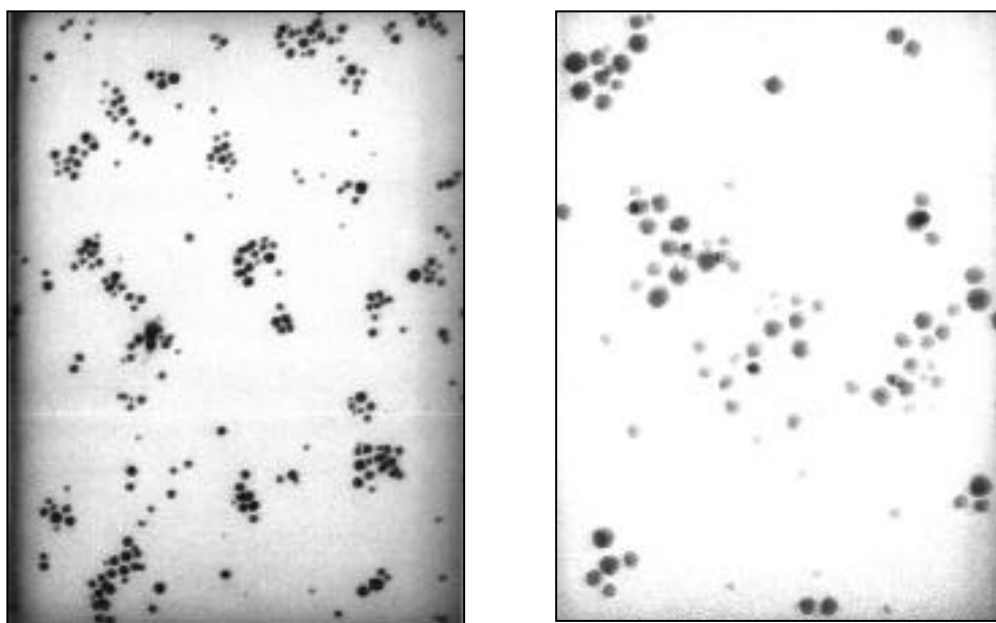


Figura 206: fotografies de la mostra de lligand **11b** a 50.000 i a 100.000 augments

Si bé aquesta tècnica està descrita a la bibliografia per a la caracterització d'estructures de tensioactius, és evident que els resultats no mostren les estructures formades en solució sinó les formes resultants després d'una evaporació a sequedat. Per aquest motiu es va optar per iniciar-nos en la tècnica de la criofixació.

3.3.2 Criofractura

Aquests experiments han estat realitzats en els Serveis Científico-Tècnics de la Universitat de Barcelona.

Aquesta tècnica ens va donar la possibilitat de preparar les mostres mitjançant tres mètodes els quals difereixen sensiblement. La diferència principal entre el 1r i el 2n mètode la trobem en la manera de produir la fractura. En el 3r mètode es realitza una petita variació respecta al 2n, reduint al màxim el temps en que la mostra és sotmesa a condicions de buit.

L'ús dels diferents mètodes, que es descriuen a continuació, és degut a la manca de referències en l'estudi de mostres com les nostres, fet que va exigir la necessitat d'una posta a punt de la tècnica.

- 1r mètode: es dissol la mostra (l·ligand o complex) en aigua i se'n diposita una gota molt petita damunt d'un portamostres pla d'or. Tot seguit s'introdueix en un recipient que conté propà líquid a uns -180°C , aconseguint així una congelació molt ràpida de la mostra (criofixació). Després s'introdueix la mostra en un aparell (BAF060 de BAL-TEC: Freeze Etching System), en el qual hi ha el buit (10^{-7} mbar) i una temperatura de -100°C . L'aparell disposa d'una cisalla que es va apropant a la mostra i la comença a tallar. Quan la gota congelada s'ha tallat fins a un volum aproximadament la meitat del inicial, es deixa al buit durant un minut. Tot seguit es forma la rèplica mitjançant un primer bombardeig amb un flux a 45° de vapor de platí-carboni i, a continuació, amb un flux a 90° de vapor de carboni. El platí provoca un augment de contrast, mentre que el carboni, que no és visible en el microscopi, fa de suport físic. Una vegada formada la rèplica, se separa de la mostra per dissolució d'aquesta. Convé que aquesta dissolució no sigui massa ràpida, ja que sinó la rèplica, que no s'ha d'oblidar que és molt prima, podria rebregar-se i això impediria la seva observació en el microscopi. Finalment es treu la rèplica de la dissolució, es deixa assecar i es col·loca damunt d'una reixeta amb membrana de formvar per observar-la a través del microscopi.

Degut a que la manera de realitzar el tall de la mostra en aquest primer mètode va provocar algunes deformacions observades en les rèpliques, es va decidir d'assajar un segon mètode.

- **2n mètode:** és molt semblant al 1r però amb la diferència que la gota de la dissolució aquosa de la mostra es diposita dins d'un portamostres esfèric de coure. Després també es congela, però a continuació es produeix la fractura dins l'aparell BAF060 mitjançant l'obertura del portamostres esfèric aconseguint un tall just pel centre de la gota. Després de la fractura la mostra és manté al buit durant 1 minut (procés "d'Etching"). El pas següent és fer la rèplica de la mateixa manera que s'ha descrit en el 1r mètode.

Després de diferents assajos, es va observar que el procés "d'Etching" (que es podria traduir com a gravat o augment de relleu), el qual es fa servir amb èxit en la preparació de mostres biològiques, no és apropiat per mostres de tipus químic. Així vàrem desenvolupar el tercer mètode.

- **3r mètode:** en aquest mètode només es realitza una petita variació respecte l'anterior. S'usa el mateix sistema amb el portamostres esfèric però una vegada realitzada la fractura no s'efectua el procés "d'Etching", passant directament de la fractura a la formació de la rèplica. Aquest canvi és degut al fet que no és convenient sotmetre les mostres de tipus químic a pressions molt baixes. Efectivament, quan es volen observar estructures petites com les micel·les, mantenir la mostra a baixa pressió després de la fractura, pot provocar una disminució de la capacitat de resolució.

RESULTATS:

Cal destacar que les fotografies que es veuran en els següents apartats són el fruit de moltes sessions davant del microscopi electrònic. L'observació de rèpliques és un procés força entretingut ja que hi ha una àrea molt gran a observar i moltes vegades hi ha zones en les que no s'observa cap tipus d'estructura. D'altres vegades trobem que les rèpliques estan rebregades i no es poden observar amb claredat. És també important saber que de vegades en incrementar substancialment els augments del microscopi es produeix la destrucció de la zona de la rèplica que s'està observant. La causa d'aquest fet és l'elevat bombardeig d'electrons que realitza el microscopi sobre una àrea molt petita de la rèplica. Tot i els problemes descrits en el procés d'observació, cal comentar finalment que les fotografies que es mostren no són un fet puntual, i que les imatges de les estructures varen ser observades reiteradament a diferents zones dins d'una mateixa rèplica o en diferents rèpliques. Passem doncs a descriure els resultats obtinguts amb els diferents mètodes.

- **1r mètode:** vam preparar una solució del lligand **11b** i una altra del complex $[\text{PdCl}_2(\mathbf{11b})_2]$, totes dues 0.05M. Vam emprar aigua per dissoldre la mostra una vegada formada la rèplica. A la Figura 207 es mostren dues fotografies de la mostra de lligand a 33.000 i a 46.000 augments.

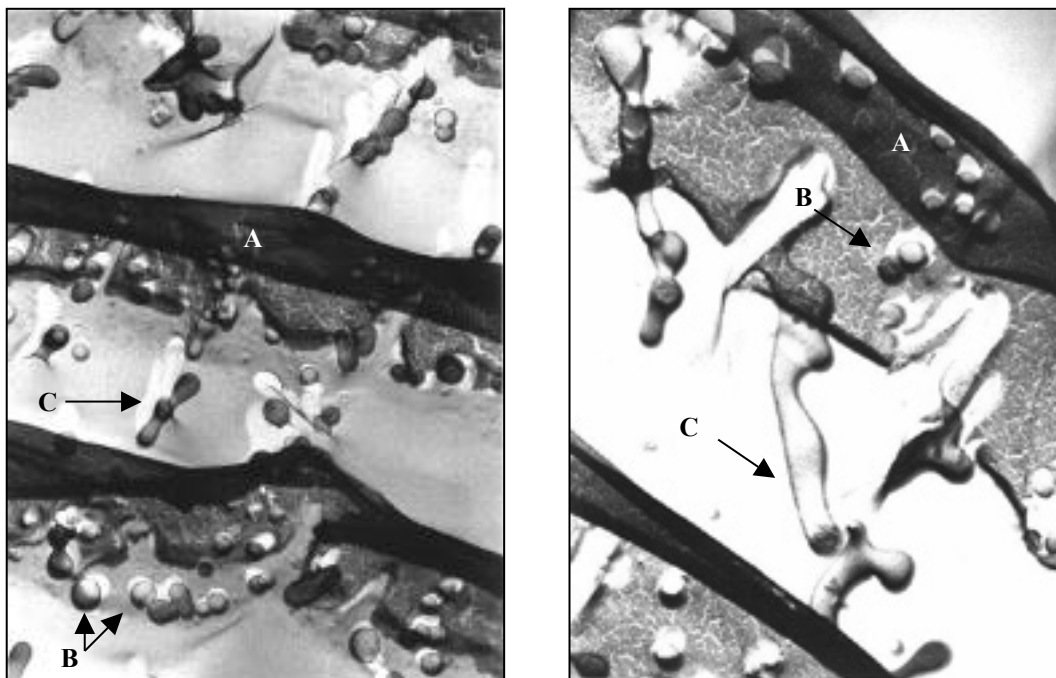


Figura 207: fotografies de la mostra de lligand **11b** a 33.000 i a 46.000 augments

En aquestes fotografies es poden observar unes estructures fosques allargades (A) que són plecs formats en el procés de dissolució de la mostra per separar-la de la rèplica. Aquests plecs probablement es formen perquè la mostra s'ha dissolt massa ràpid, i representen un greu problema, ja que finalment tenim un tant per cent força petit de mostra visible en les rèpliques. També s'observen una sèrie d'esferes de diàmetres entre 50-110 nm (B) que poden assignar-se a la nostra mostra. La mida i la forma d'aquestes estructures, indueixen a pensar en la formació de vesícules en la solució, ja que el diàmetre de les esferes es força gran com per assignar-ho a la formació de micel·les. Cal destacar que es veu clarament el relleu de les esferes. Això és degut a que quan es bombardeja la mostra amb platí-carboni es fa amb uns certs graus d'inclinació, i així permet veure millor el relleu de les possibles estructures de la mostra. Finalment, també s'observen unes estructures allargades que són deformacions causades probablement pels talls fets a la mostra (C).

A la mostra de complex no vam poder observar cap tipus d'estructura regular en les rèpliques formades. Aquest resultat no permet descartar l'absència d'estructures, ja que tal com s'ha mencionat anteriorment, com a conseqüència de la deformació de la rèplica el tant per cent visible era molt petit.

- **2n mètode:** en aquest cas es va treballar amb solucions de lligand **11b** 0.1M i del complex $[\text{PdCl}_2(\mathbf{11b})_2]$ 0.05M. Aquesta vegada vam emprar metanol per dissoldre la mostra una vegada formada la rèplica. Sembla que l'ús d'aquest dissolvent va provocar un procés de dissolució més lent, obtenint rèpliques amb una qualitat lleugerament superior en comparació amb el primer mètode. En les fotografies (Figura 208) de la mostra del lligand s'observen esferes (B) de diàmetres entre 50-100 nm, que també assignem a estructures de tipus vesicular. Com a les fotografies anteriors (Figura 207) també s'observen unes estructures fosques amb formes allargades i irregulars (A) degudes a que les rèpliques es van rebregar en el procés de dissolució de la mostra. També en aquestes fotografies s'observen estructures causades per deformacions resultants de la fractura (C). Com es pot veure, els resultats obtinguts pel lligand en tots dos mètodes són força comparables.

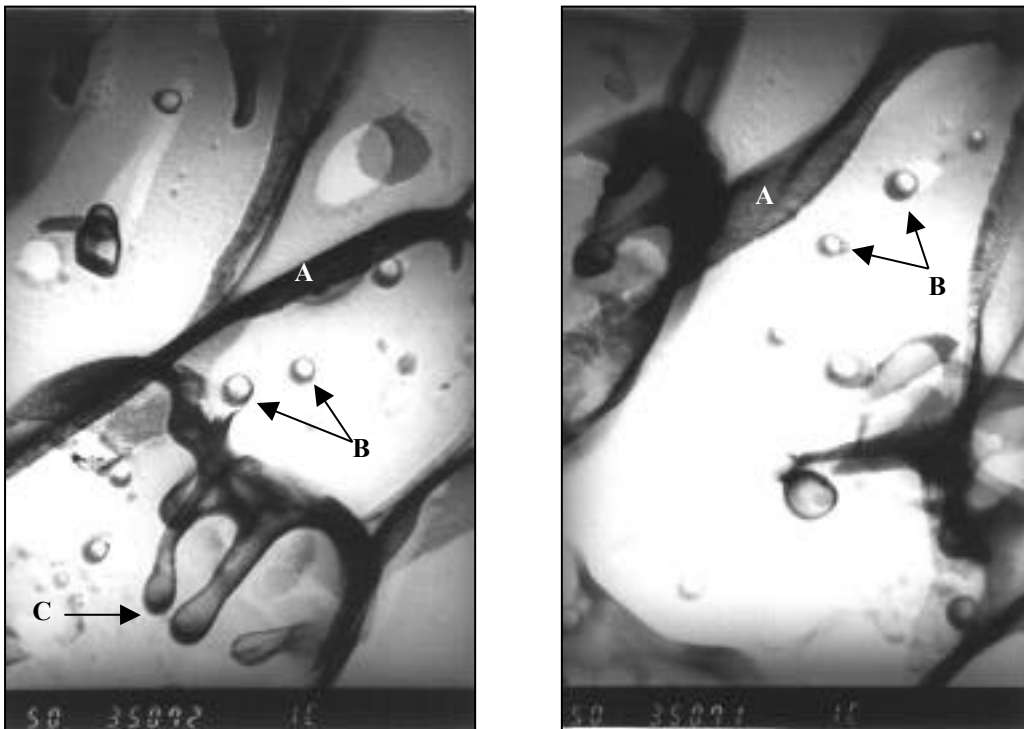


Figura 208: fotografies de la mostra de lligand **11b** a 50.000 augments

En el cas del complex, malgrat repetir-se els problemes de deformació de la rèplica, s'observen algunes estructures esfèriques però amb molt poc contrast i de gran varietat de volums. En la fotografia següent (Figura 209) s'observen dues esferes (B) de diàmetre aproximat de 150 nm.

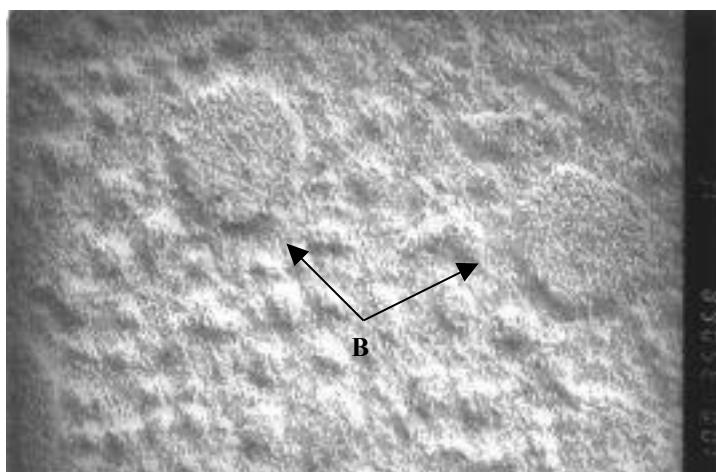


Figura 209: fotografia de la mostra de complex $[\text{PdCl}_2(\mathbf{11b})_2]$ a 100.000 augments

- **3r mètode:** es varen preparar diferents solucions del lligand **12** (0.2M i 0.5M), del complex $[\text{PdCl}_2(\mathbf{12})_2]$ (0.1M), de la fosfina comercial TPPTS (0.5M) i finalment del complex $[\text{PdCl}_2(\text{TPPTS})_2]$ (0.1M).

En aquest cas vàrem decidir d'augmentar la concentració de les dissolucions per tal de facilitar l'observació d'estructures. Per aconseguir-ho, es va optar per realitzar les mostres amb el lligand **12**, ja que aquest, en comparació amb el lligand **11b**, mostra una solubilitat en aigua més elevada, tant del mateix lligand com del corresponent complex de pal·ladi.

Per altra banda es varen preparar mostres amb un lligand hidrosoluble no tensioactiu, la fosfina TPPTS. L'objectiu era l'obtenció d'imatges de referència a partir d'unes mostres, que degut a les seves característiques, no formen agregats en solució aquosa.

A continuació es realitza una descripció de les fotografies que apareixen en les pàgines següents. Es mostren 12 fotografies, cada una amb la seva numeració.

Lligand 12:

Les fotografies corresponents a aquest lligand són les numerades de l'1 al 7. Per començar ens fixarem en la fotografia 1 on només s'observen una sèrie de línies que són característiques dels cristalls de gel, la qual pot servir com a imatge de referència. Així doncs és una típica imatge en la que no apareix cap tipus d'agregat. En canvi en les fotografies 2 i 3 ja observem figures esfèriques que les assignem a agregats vesiculars amb uns diàmetres que van dels 150 als 250 nm. Per contra a la fotografia 4 s'observen unes figures força més petites que van dels 25 als 50 nm, les quals per la seva mida podrien correspondre a un agregat de tipus micel·lar. En la fotografia 5 apareixen una sèrie de figures esfèriques (20-100 nm) de difícil assignació, ja que les figures apareixen força superposades i moltes vegades aquest fet pot ser causat per defectes apareguts durant la formació de la rèplica. A efectes comparatius, a la fotografia 6 es pot observar un típic exemple de figures obtingudes per una malformació de la rèplica.

Complex [PdCl₂(12)₂]

Es van obtenir molt poques fotografies de qualitat a partir de les solucions aquoses d'aquest complex. Així només es mostra la fotografia 7 en la qual principalment s'observa un granulat de fons el qual té un diàmetre aproximat entre 10 i 30 nm que podria ser assignat a la formació d'agregats de tipus micel·lar. La figura mostra també tres estructures amb un clar ombrejat que podrien ser degudes a la formació de vesícules.

Lligand TPPTS:

A partir de les solucions preparades amb aquesta fosfina vàrem obtenir dos tipus de fotografies: majoritàriament vàrem observar la formació de cristalls de gel (fotos 8 i 9), fet que està totalment d'acord amb l'absència d'agregats ja que aquest lligand no posseeix característiques ambifíliques. Cal destacar però que hi ha alguna imatge (foto 10) en la que apareixen una sèrie de figures assignades a una formació defectuosa de la rèplica. Aquest fet està d'acord amb la hipòtesi de que les estructures d'aquest tipus observades amb anterioritat amb els nostres compostos ambifílics no podien ser assignades a cap tipus de fenomen d'agregació.

Complex [PdCl₂(TPPTS)₂]:

Tornem a trobar en aquest cas majoritàriament imatges com les de la foto 11 en la que apareixen els cristalls de gel, fet que està d'acord, com ja hem comentat en el cas del lligand, amb l'absència d'agregats. Tot i així, en alguns punts de la rèplica s'observen unes estructures (fotografia 12), que recorden a les observades en la fotografia 5, que podrien ser assignades a una malformació de la rèplica.

FOTO 1

Lligand **12**
(0.2 M)

Característiques:

- Cristalls de gel.
- No apareixen agregats.

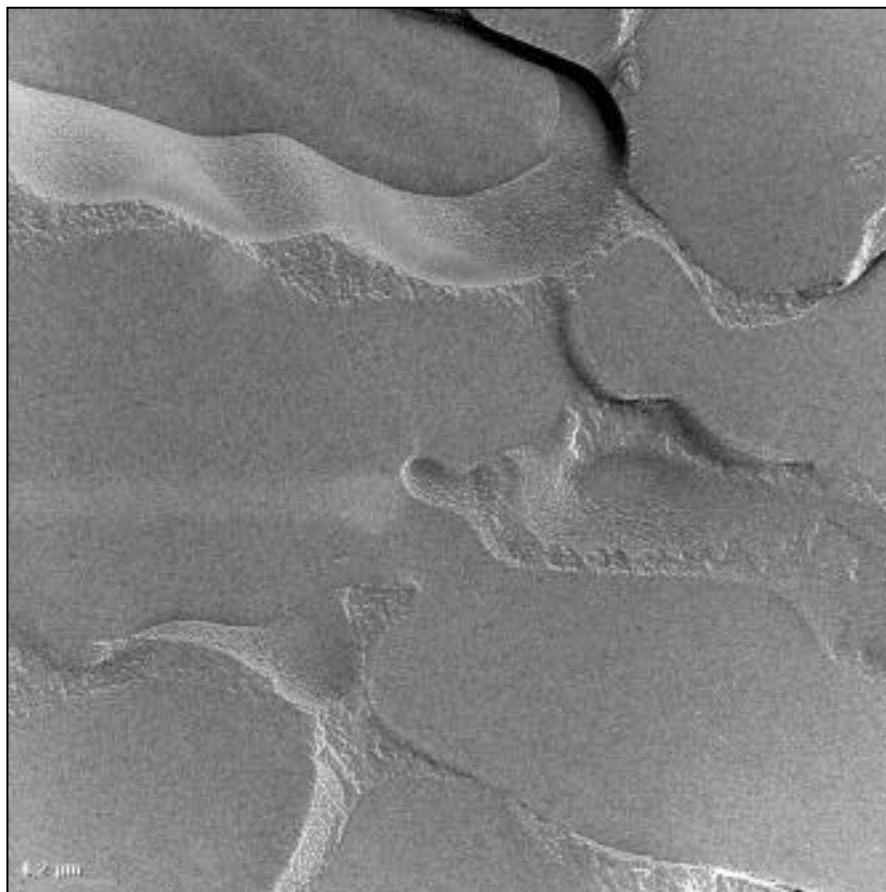


FOTO 2

Lligand **12**
(0.2 M)

Característiques:

- Vesícula esfèrica d'uns 150 nm de diàmetre.

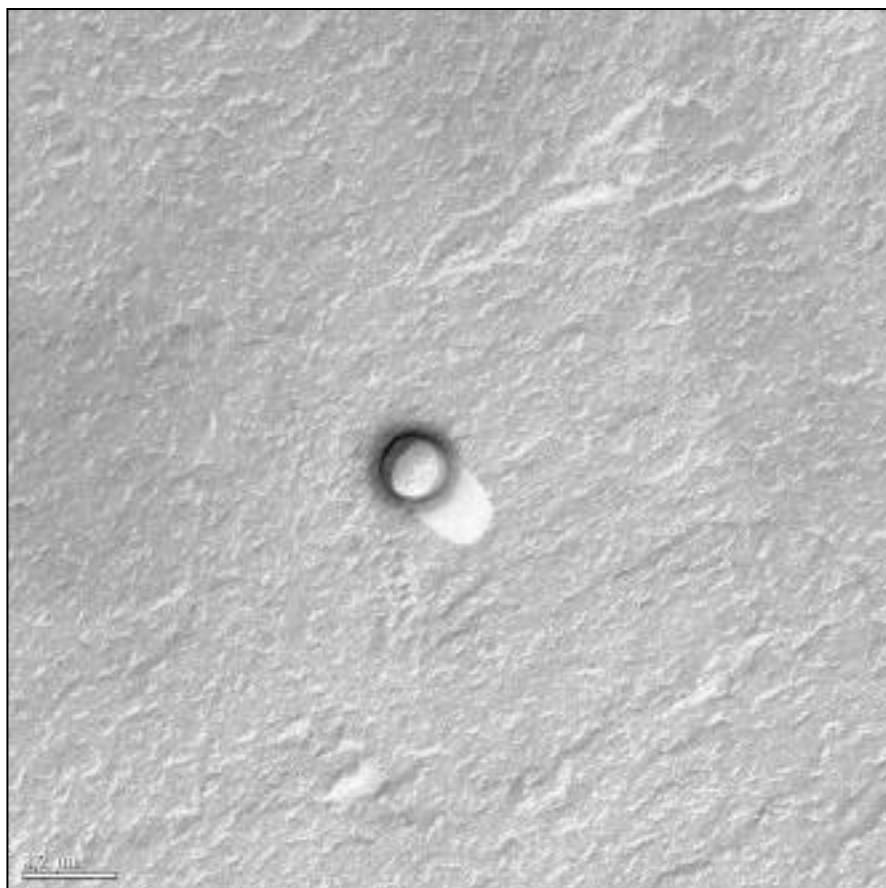


FOTO 3

Lligand **12**
(0.2 M)

Característiques:
- Vesícules esfèriques de 150 nm a 250 nm de diàmetre.

**FOTO 4**

Lligand **12**
(0.2 M)

Característiques:
- Possibles micelles de 25 a 50 nm de diàmetre.
- Fotografia poc nítida degut al elevat augment usat.

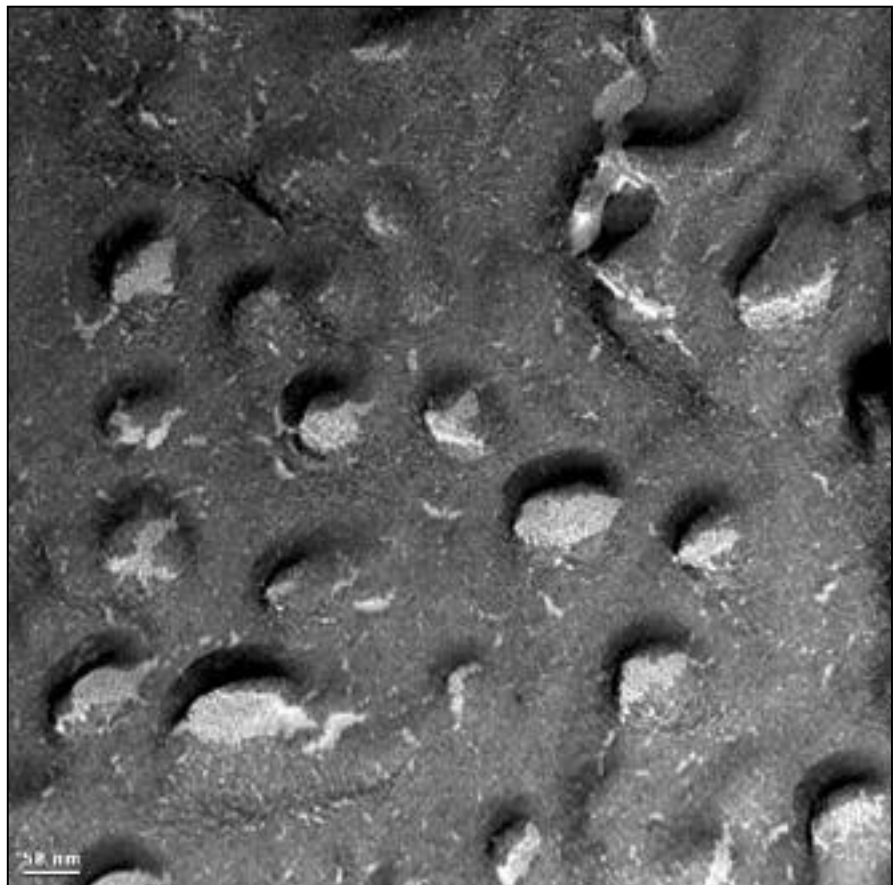


FOTO 5

Lligand **12**
(0.5 M)

Característiques:

- Possibles agre-gats: des de mi-cel·les d'uns 20 nm a vesícules d'uns 100nm de diàmetre.
- Possibles figures esfèriques degudes a defectes en la rèplica

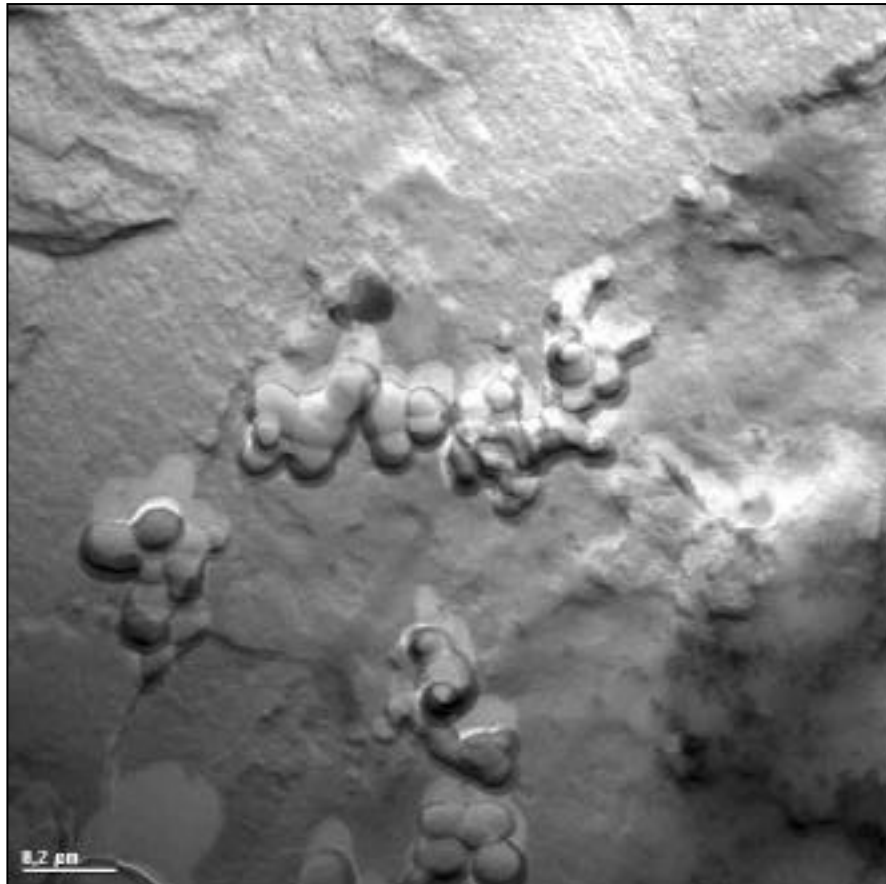


FOTO 6

Lligand **12**
(0.2 M)

Característiques:

- Figures super-posades assignades a defectes de la rèplica.

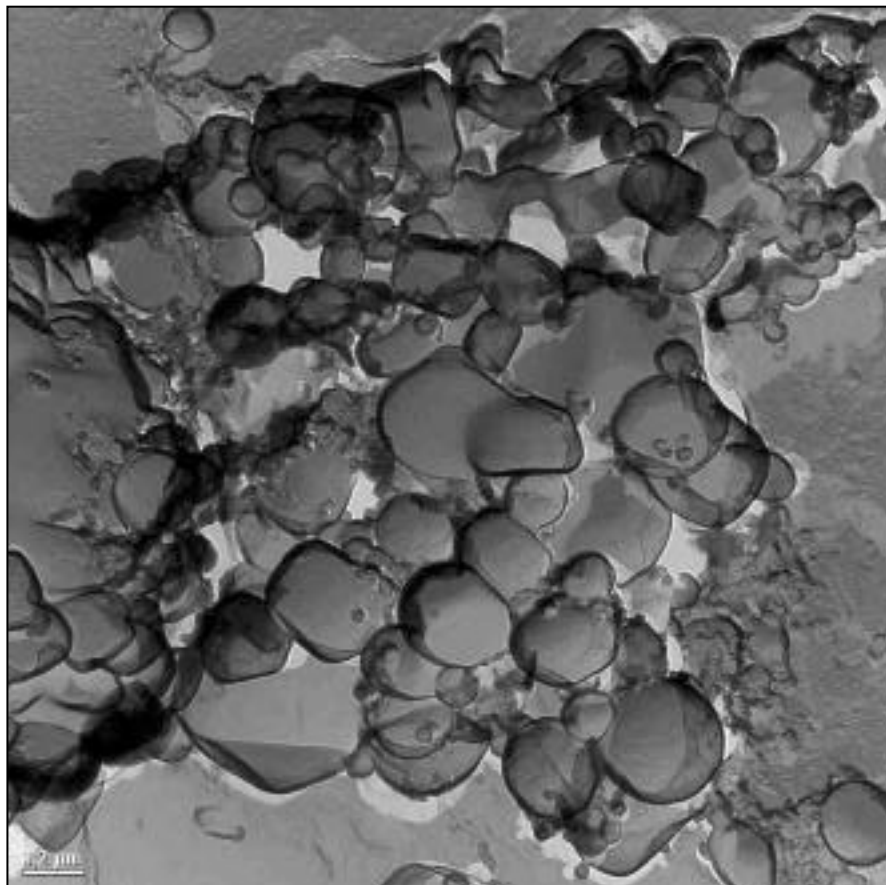
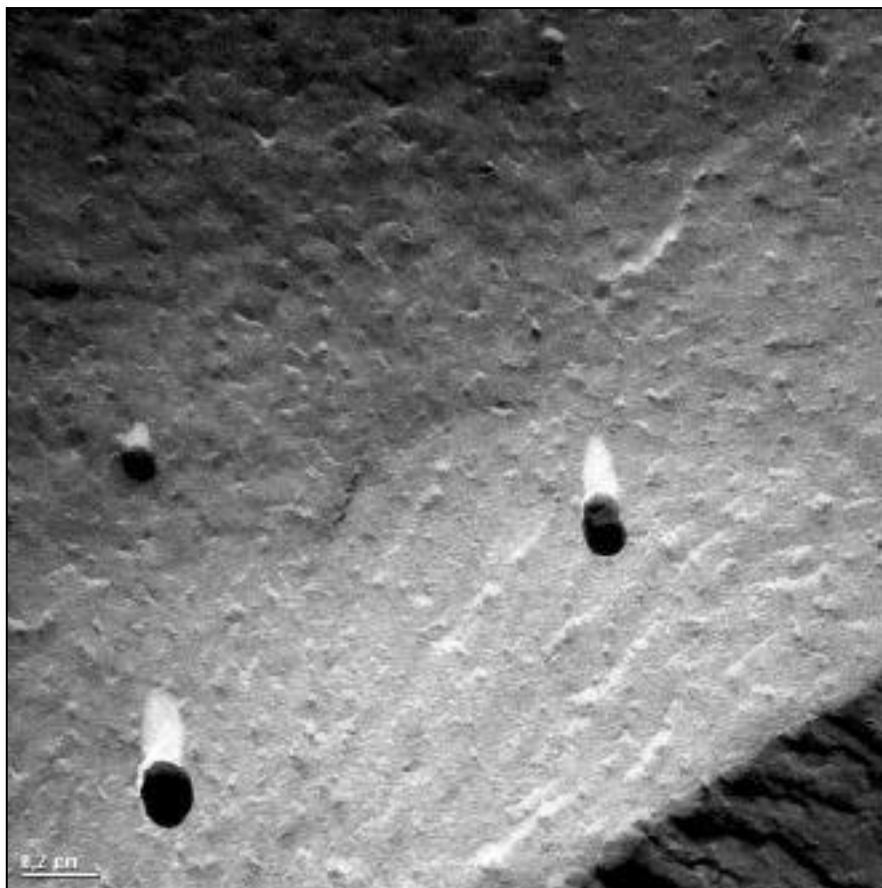


FOTO 7

Complex
[PdCl₂(**12**)₂]
(0.1 M)

Característiques:

- Granulat de fons d'uns 10-30 nm de diàmetre (possibles micel·les)
- Possibles vesícules esfèriques d'uns 100-150 nm de diàmetre.

**FOTO 8**

Lligand TPPTS
(0.5 M)

Característiques:

- Cristalls de gel.
- No s'observa cap estructura amb forma d'agregat.



FOTO 9

Lligand TPPTS
(0.5 M)

- Característiques:
- Cristalls de gel.
 - No s'observa cap estructura amb forma d'agregat.

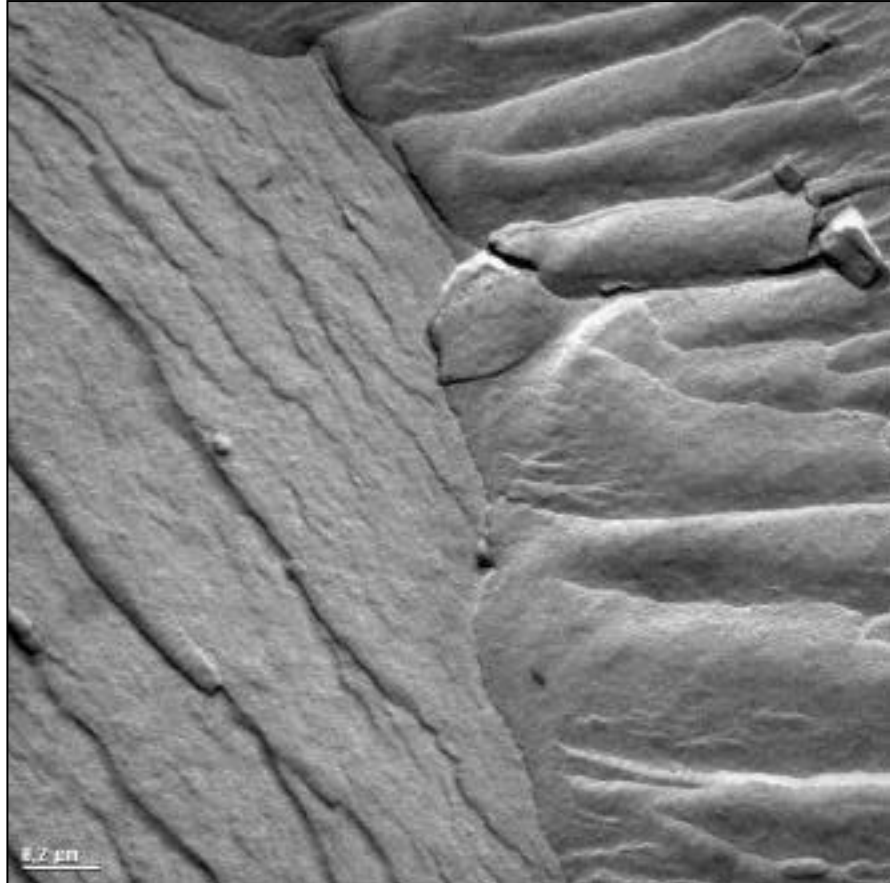


FOTO 10

Lligand TPPTS
(0.5 M)

- Característiques:
- Figures superposades assignades a defectes de la rèplica.

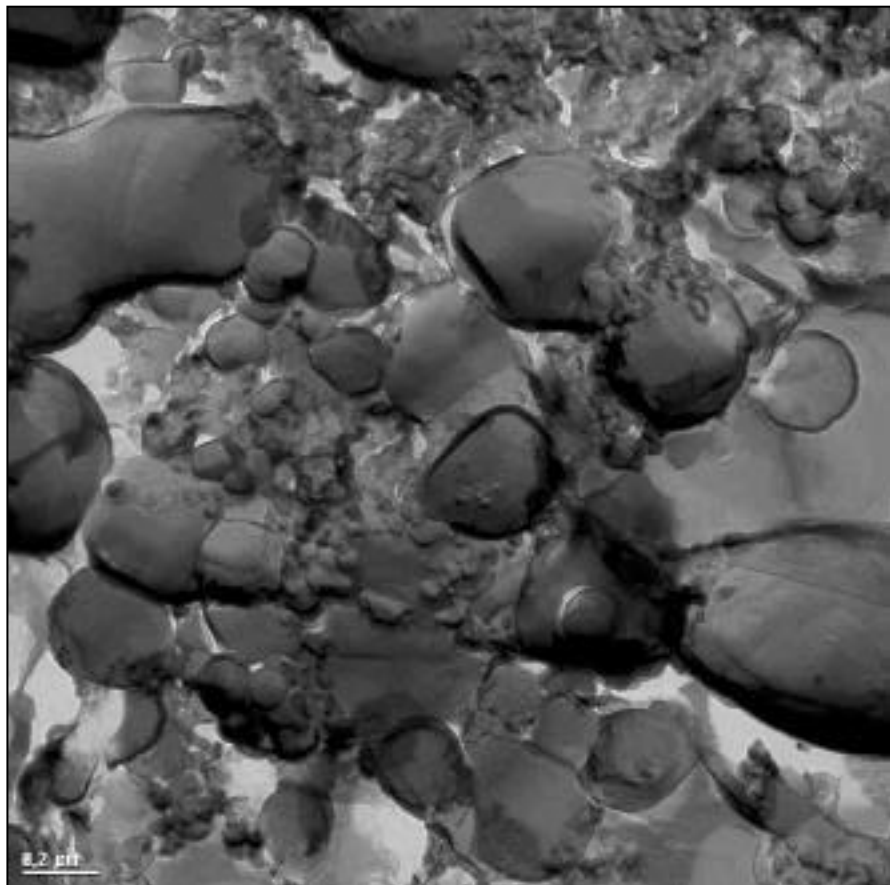
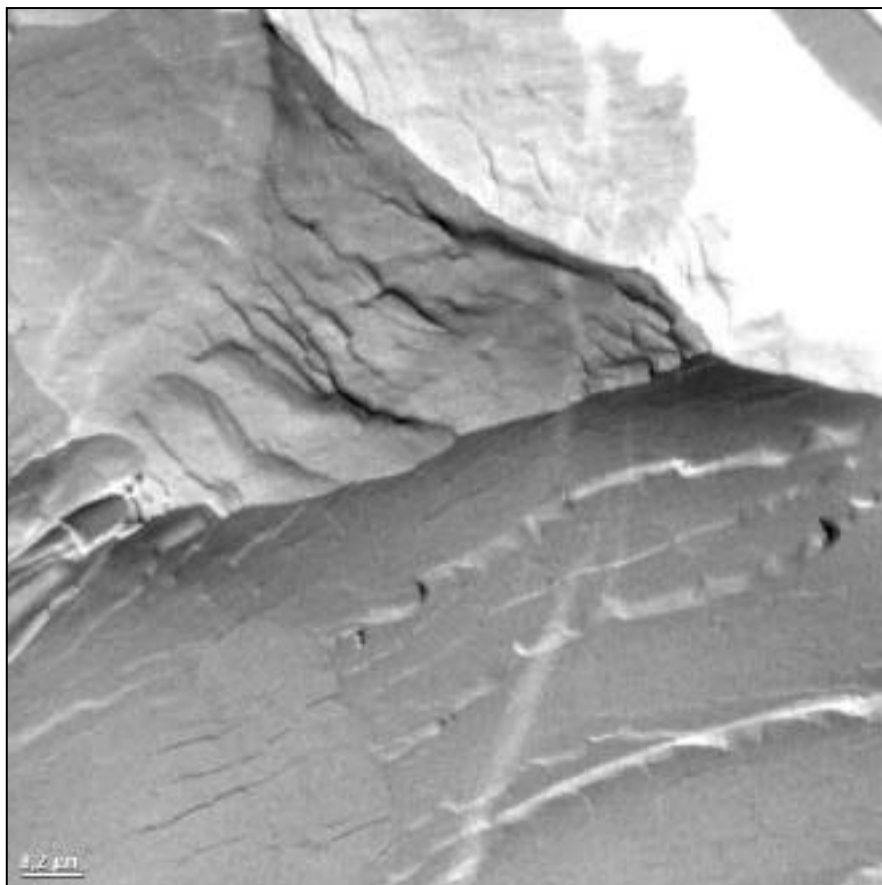


FOTO 11

Complex
[PdCl₂(TPPTS)₂]
(0.1 M)

Característiques:

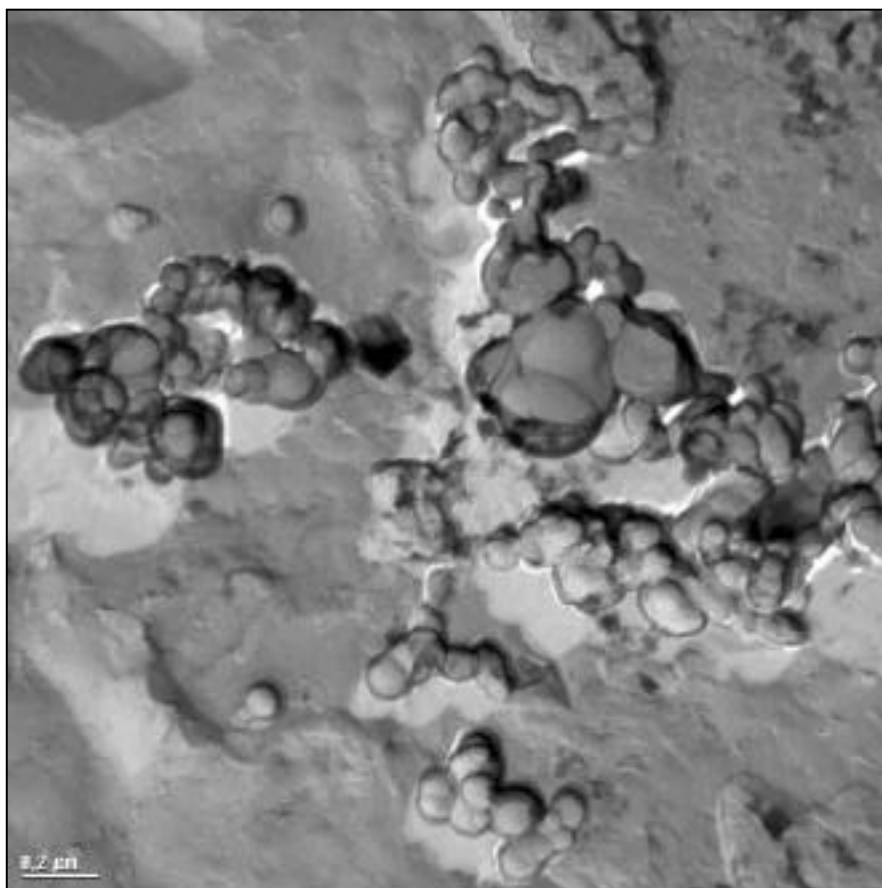
- Cristalls de gel.
- No s'observa cap estructura amb forma d'agregat.

**FOTO 12**

Complex
[PdCl₂(TPPTS)₂]
(0.1 M)

Característiques:

- Figures superposades assignades a defectes de la rèplica.



3.4 Conclusions

Una vegada observades totes les imatges obtingudes a partir dels quatre mètodes diferents de preparació de mostra, podem concloure que:

- Si bé la tinció és un mètode majoritàriament usat en el camp de la biologia, considerem que és poc representatiu quan s'intenta estudiar espècies químiques en solució.
- Dels tres mètodes diferents de preparació de la mostra assajats en la tècnica de la criofractura ens decantaríem pel darrer. A priori semblava ser el més adient degut al fet que no interessa que la mostra estigui molta estona en condicions de buit. Experimentalment s'ha confirmat aquest fet, ja que ha estat el mètode que ens ha permès obtenir les fotografies de més qualitat, degut a que s'han obtingut les rèpliques de millor qualitat. Tot i així, cal destacar que la criofractura en general és un bon mètode, ja que en qualsevol de les varietats analitzades en aquest treball s'han pogut obtenir imatges d'estructures relacionades amb els agregats en solució.
- Amb els nostres lligands, i en les concentracions emprades, sembla que les figures observades haurien de relacionar-se amb la formació d'estructures de tipus vesicular amb unes dimensions mitjanes que estarien entre els 100 i els 200 nm.
- Dels resultats obtinguts es dedueix que és possible que en els complexos metàl·lics siguin menys freqüents les estructures de tipus vesicular, essent més importants les estructures micel·lars.
- Tot i que la percepció d'estructures micel·lars és molt complicada degut a la seva mida, per comparació amb d'altres treballs descrits en la bibliografia¹³⁵, sembla viable l'observació d'estructures d'aquest tipus en algunes de les nostres fotografies.
- L'observació majoritària de cristalls de gel en les fotografies de mostres de compostos no tensioactius, TPPTS i $[\text{PdCl}_2(\text{TPPTS})_2]$, està d'acord amb l'absència d'agregats. Aquest resultat és coherent amb l'assignació de la formació d'agregats en les estructures observades en les fotografies dels nostres compostos tensioactius.
- Finalment caldria destacar que, tot i que en la bibliografia és freqüent trobar assignacions d'estructures d'agregats ambifílics a partir de la microscòpia electrònica, la nostra experiència en aquesta tècnica ens ha mostrat que es pot obtenir informació útil, però que cal una interpretació molt cauta dels resultats.