

# DEPARTAMENTO DE EDAFOLOGIA Y QUIMICA AGRICOLA

## ESTUDIO DE CALCULOS SALIVALES POR TECNICAS CRISTALOGRAFICAS

Gámiz, E., Aguilar, J., Delgado Calvo-Flores, R.

### RESUMEN

En el presente trabajo se estudian tres cálculos salivales por métodos cristalográficos: Calorimetría diferencial de barrido, microscopía óptica de transmisión, difracción de Rayos-X y microscopía electrónica de barrido. Los resultados son coincidentes en todos los casos. Se trata de apatito y menores cantidades de whitlockita, con estructura en capas. Se consideran posibles soluciones a esta patología.

### SUMMARY

At the present work it has been studied three salivari calculi by different crystallographic methods: Differential scanning calorimetry, polarizing microscope (thin section and grain mouting), X-ray diffraction and scanning electron microscope. All them provided the same composition: Apatite and whitlockite in concentric layered fabric. At the paper it has been indicated possible solutions for this pathology.

### INTRODUCCION

La litiasis en las glándulas salivales es una patología relativamente frecuente. Puede ser debida a dilataciones o estenosis de los conductos excretores, inflamaciones locales, boca séptica, etc. (2). En mayor número de casos afecta a la glándula submaxilar y su conducto, que al resto del aparato salival; esto es debido a razones de tipo, fundamentalmente, anatomofisiológicas (3). Cuando se forman en el conducto su morfología es alargada, con una pequeña ranura que permite el paso de la saliva (2).

Estos cálculos suelen presentar una composición análoga a la del sarro dentario; están constituidos esencialmente de fosfatos (apatitos) carbonato cálcico y en su análisis químico se detectan pequeñas cantidades de hierro, sodio, potasio y tiocianato. A veces, tienen un núcleo orgánico compuesto por restos de cerdas de

cepillo de dientes o de productos que quedan retenidos entre los dientes (2), que pensamos podría actuar como núcleo de cristalización.

En la provincia de Granada, se han realizado numerosos estudios de litiasis procedentes de diversos órganos (5, 6, 7); sin embargo, no existe ninguna información sobre la composición de este tipo de cálculos. Asimismo, se ha observado que los análisis químicos de los cálculos, no proporcionan datos totalmente fiables (5), por lo que se requiere la aplicación de toda una serie de técnicas identificativas para obtener una información fidedigna de su composición.

El objeto del presente trabajo, se basa en estos planteamientos, estudiándose cálculos salivales de un paciente de la provincia de Granada, con el interés adicional de presentar una patología fuertemente recidivante y la ausencia de litiasis en otros órganos, contrariamente a lo indicado en la bibliografía (2).

## MATERIAL Y METODOS

Se han estudiado tres cálculos salivales, extraídos en la C.S. Virgen de las Nieves, al paciente V.N. formados en un periodo de seis meses. La extracción en los tres casos fue por vía intrabucal y las dimensiones de los mismos son similares y aproximadamente de 1cm. de longitud y 0,4cm. de anchura.

Se han aplicado los siguientes métodos:

- Calorimetría diferencial de barrido: Mettler T.A. 3000 system. Con un rango de temperatura de 50 a 450°C.

- Difracción de Rayos-X: Difractómetro Rigaku Miniflex Ca 2005, equipado con filtro de Ni, sistema de discriminación de impulsos y radiación Cu K $\alpha$ ; calibrado previamente con cuarzo Fisher S-153. Método de polvo cristalino (4) y campo de exploración desde 50 a 3 $^{\circ}$  2 $\theta$ . La identificación de las distintas fases minerales se ha realizado mediante las fichas A.S.T.M. (1).

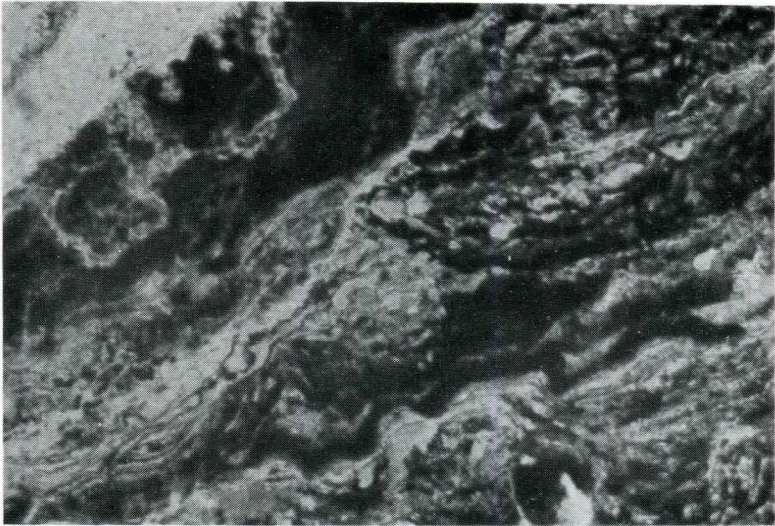
- Microscopía óptica de transmisión: Microscopio petrográfico Carl Zeiss Jena Pol. 1-Lámina delgada, según técnica usual de micromorfología de suelos: inclusión en cronolita 1.108 y tallado hasta un espesor aproximado de 0,25-0,3 mm. 2-Observación de fragmentos de pequeña talla montados sobre Eukitt (reactivo Carl Zeiss Jena).

- Microscopía electrónica de barrido: Microscopio Hitachi S-510. Observación de la morfología interna previa fragmentación del cálculo y metalizado con oro.

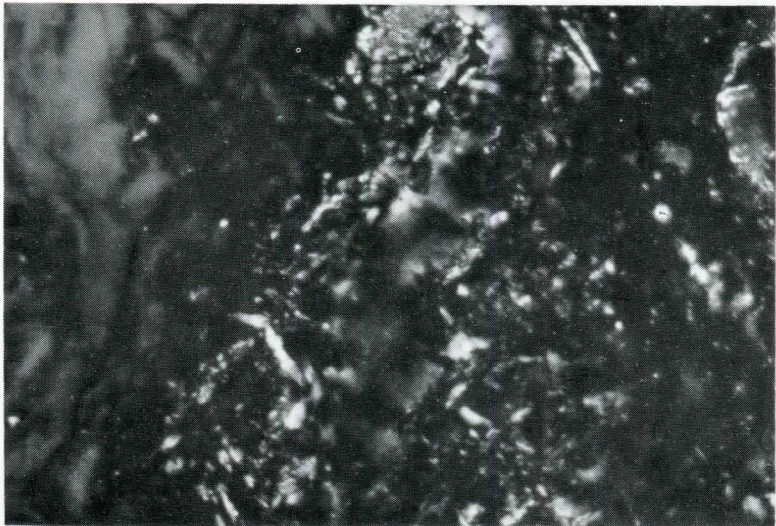
## RESULTADOS Y DISCUSION

Los diagramas de calorimetría diferencial de barrido muestran un primer efecto endotérmico entre 100-200°C aproximadamente, que corresponde a componentes orgánicos de tipo mucoprotéico; el segundo efecto endotérmico, muy pronunciado, aparece entre 325-360°C y es típico de los fosfatos; el pequeño doblete indica la presencia de dos fases minerales. (Fig. 1).

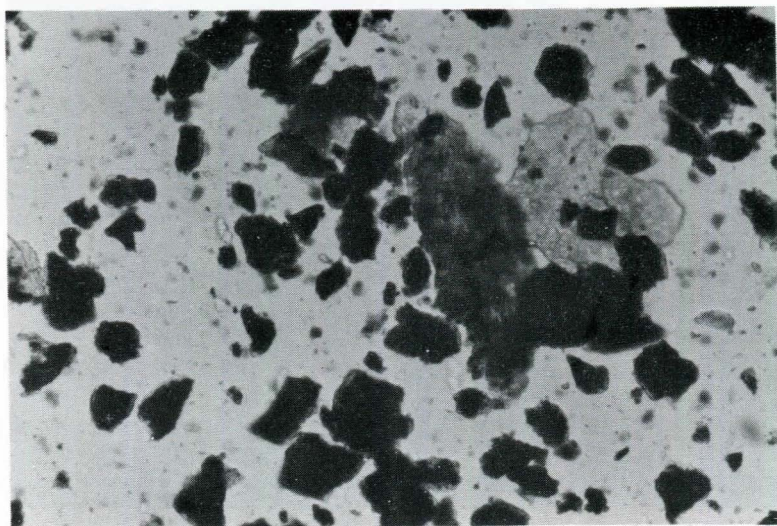
La observación de los cálculos en lámina delgada indica también una constitución fosfática: un núcleo apatítico de hidroxiapatito (fot. 1) relativamente grande, está envuelto de una capa pequeña de whitlockita con algunos engrosamientos de ésta en algún punto aislado y por último, una capa periférica ancha de hidroxiapatito en donde también existe una pequeña cantidad de whitlockita. Ambos componentes,



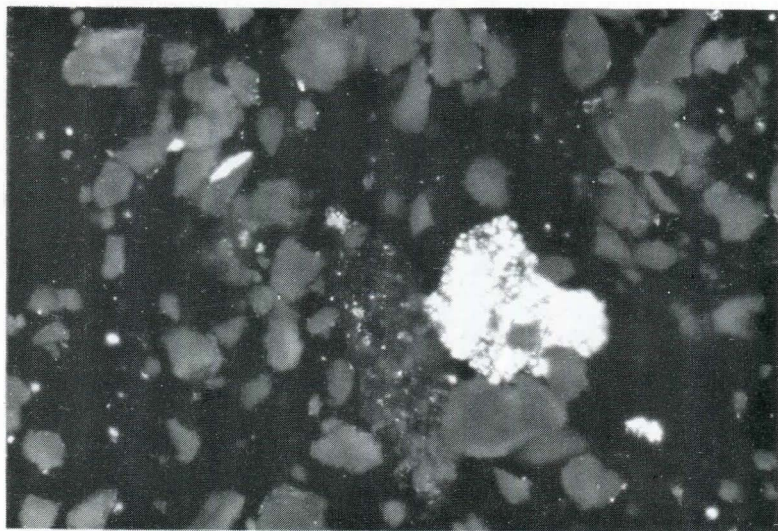
Fotografía 1. Hidroxiapatito y whitlockita en capas. Lámina delgada. 40 X. Nícoles II. Cálculo nº 1.



Fotografía 2. Diferencias en los colores de interferencia de apatito y whitlockita; el último se muestra con colores grises claros en el centro. Lámina delgada. 40 X. Nícoles X. Cálculo nº 1.



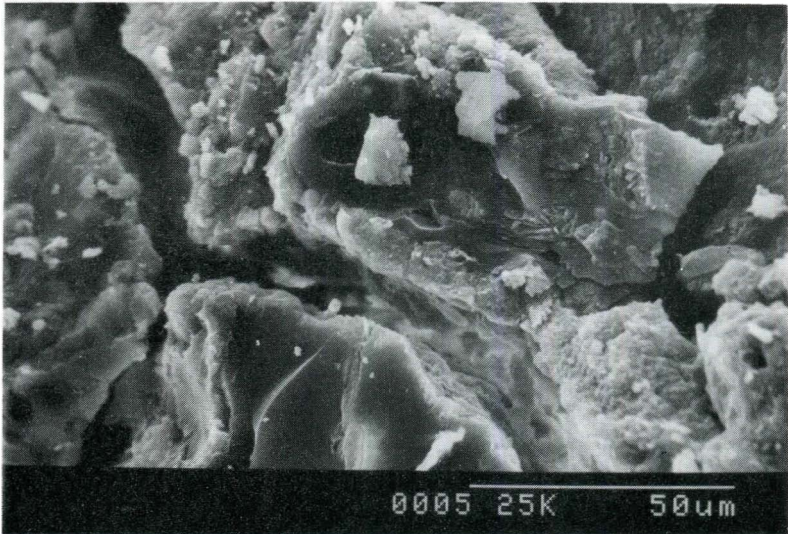
Fotografía 3. Hidroxiapatito como granos opacos y whitlockita transparentes. Montaje en Eukit. 40 X. Nicoles II. Cálculo nº 3.



Fotografía 4. Diferencias en el color de interferencia de los granos de hidroxiapatito y whitlockita; los últimos son blancos brillantes. Montaje en Eukitt. 40 X. Nicoles X. Cálculo nº 3.



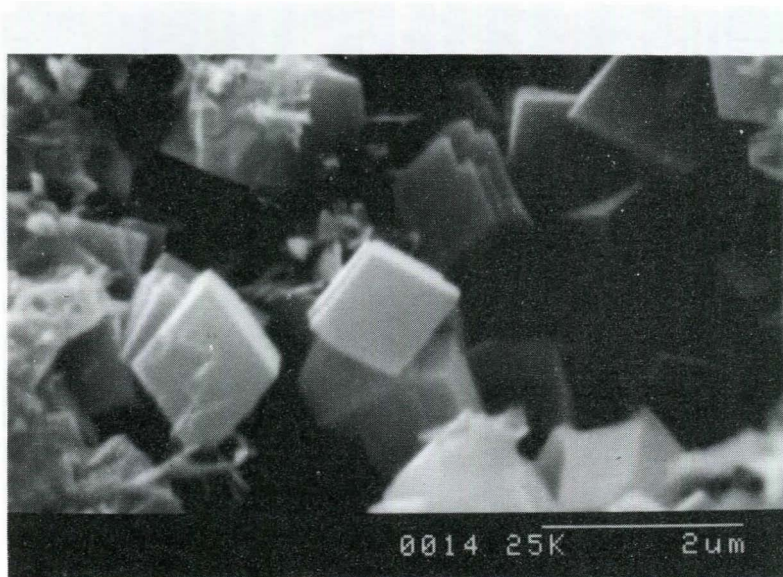
Fotografía 5. Aspecto general del interior del cálculo. El espacio entre flechas marca las distintas zonas del mismo. Observación con M. E. B. 92 X. Cálculo nº 3.



Fotografía 6. Hidroxiapatito en hábito laminar de la capa más externa. Observación con M. E. B. 920 X. Cálculo nº 3.



Fotografía 7. Hidroxiapatito de morfología fibroso-radiada y cristales romboédricos de whitlockita en la capa central. Observación con M. E. B. 11.300X. Cálculo nº 3.



Fotografía 8. Cristales idiomorfos de Whitlockita recubriendo grietas. Observación con M. E. B. 17.500X. Cálculo nº 3.

Tabla I. Fichas A.S.T.M. de los constituyentes. Lectura del diagrama problema. D.R.X. Cálculo nº 2.

HIDROXIAPATITO		FLUORAPATITO		WHITLOCKITA		CALCULO SALIVAL		
d	I/I <sub>1</sub>	d	I/I <sub>1</sub>	d	I/I <sub>1</sub>	d	I/I <sub>1</sub>	Asignación
Å	(%)	Å	(%)	Å	(%)	Å	(%)	*
3,45	35	3,44	40	8,01	20	8,01	26	W
2,827	100	2,80	100	6,35	30	6,25	30	W
2,775	30	2,772	55	4,02	30	4,02	30	W
2,730 <sup>b</sup>	75	2,702	60	3,41	55	3,44	44	H, F
2,632	16	2,624	30	3,16	65	2,83	100	H, W
2,281	10	2,250	20	2,837	100	2,81	100	F
1,950	30	1,937	25	2,719	25	2,75	71	H
1,883	10	1,884	14	2,572	80	2,70	40	F, W
		1,837	30	2,171	30	2,65	34	H, F
				2,143	30	2,27	22	H
				2,011	30	2,29	20	H
				1,913	50	1,95	30	H

\*: H - Hidroxiapatito; F - Fluorapatito; W - Whitlockita.

apatito y whitlockita, se diferencian por su birrefringencia que le confiere, en los espesores de la talla, colores de interferencia grises con irisaciones a la whitlockita (fot. 2) y grises más opacos al apatito (fot. 2). Estos extremos se observan más claramente en los fragmentos montados en Eukitt (fot. 3 y 4).

Los resultados de la microscopía electrónica de barrido corroboran el examen en lámina delgada. Muestran un cálculo constituido por diversas capas concéntricas que varían en la textura de las mismas (compacidad, porosidad, tamaño de partícula, relaciones geométricas, etc.) (fot. 5). La zona periférica está constituida por hidroxiapatito en hábito laminar, de hasta 20µm. de diámetro máximo, tal como se reconocía en la fotografía con el microscopio petrográfico (fot. 2). Esta zona es muy porosa y está surcada por numerosos canalículos (fot. 6).

El hidroxiapatito de la zona central del cálculo, posee morfología fibroso-radiada, con cristales de longitud cercana a 1 mm. Entre éstos, a veces, aparecen cristales romboédricos de whitlockita (fot. 7). La whitlockita, asimismo, se ha detectado con hábitos relativamente idiomórficos (romboedros holoédricos) en zonas localizadas del borde del cálculo y también como recubrimientos de grietas en todas sus capas (fot. 8).

El análisis mediante difracción de rayos-X pone en evidencia que la composición mayoritariamente es una mezcla de hidroxiapatito (PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>CA<sub>5</sub>(OH,Cl,F) (1) y fluorapatito (PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CA<sub>5</sub>F(1), con una pequeña cantidad de whitlockita ((PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(Ca,Mg)(1)) aunque esta fase se detecta, por su carácter de trazas, con alguna dificultad.

La cristalinidad de todas las fases minerales presentes es baja, en parte debido al pequeño tamaño de muchos de los cristales, como ya se ha observado anteriormente con microscopio electrónico de barrido y en parte a la forma en que estos cálculos se generan por acreción brusca, pudiendo presentar abundantes defectos cristalinos.

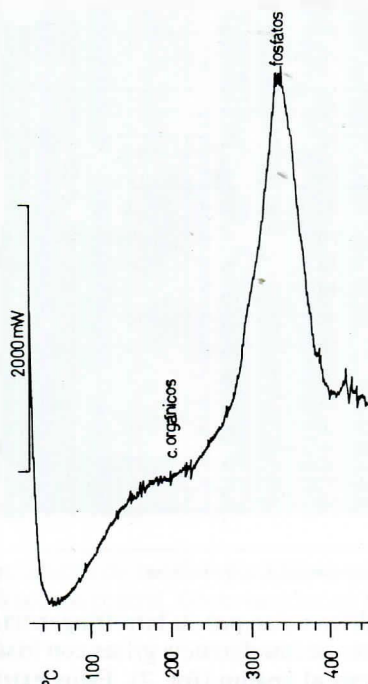


Figura 1. Diagrama de Calorimetría diferencial de barrido. Cálculo nº 2.

En el espaciado comprendido entre 3 a 6 Å se observa un principio de elevación del fondo del diagrama, a modo de campana, característico de la presencia de sustancias amorfas a los rayos-X, como podrían ser, en este caso, sustancias orgánicas presentes en el interior o como recubrimientos del cálculo y que fueron ya detectadas mediante calorimetría diferencial de barrido. Estos resultados se ejemplifican para el cálculo nº 2 en la tabla 1 y fig. 2.

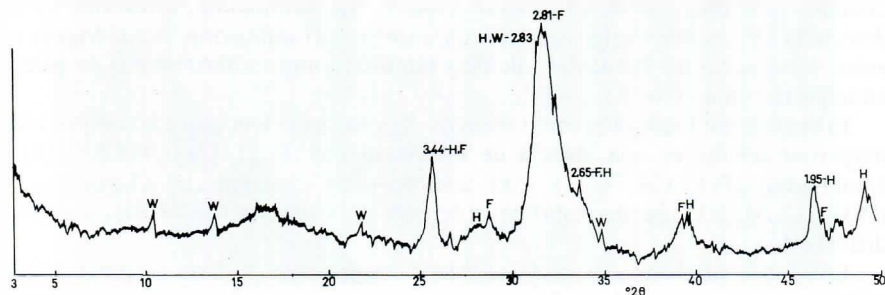


Figura 2. Diagrama D.R.X. en polvo cristalino del cálculo nº 2. Los números indican los espaciados en Å. H-hidroxiapatito; F-fluor-apatito y W-whitlockita.



## CONCLUSIONES Y CONSIDERACIONES FINALES

- Los tres cálculos salivales son idénticos. Están constituidos por capas concéntricas, de composición fundamentalmente fosfática (hidroxiapatito, fluorapatito y pequeñas cantidades de whitlockita).

- Dado que este tipo de muestras ha sido poco estudiado en la bibliografía, conviene resaltar algunos hechos con respecto a la metodología empleada. La calorimetría diferencial de barrido ha proporcionado una información general. La microscopía óptica de luz transmitida, en la técnica de lámina delgada y montaje de granos, ha aportado gran información en cuanto a la contextura y composición, detectándose con gran fiabilidad minerales en muy pequeñas cantidades, tal es el caso de la whitlockita. El microscopio electrónico de barrido ha completado con gran detalle los datos morfológicos. La difracción de rayos-X, ha separado las fases apatíticas, discriminando la presencia conjunta de hidroxiapatito y fluorapatito.

- Si se considera la ausencia de litiasis en otros órganos del paciente, sería interesante estudiar si una dieta adecuada, basada en los mismos principios que para la litiasis renal pudiera prevenir su formación, o bien un sistema de enjuagues con un componente alcalino que sustituyese al calcio en la zona y evitase la formación de este tipo de cálculos.

## BIBLIOGRAFIA

- (1) A.S.T.M. (1974 y 1981). Selected powder diffraction data for minerals. Joint committee on powder diffraction standard. International Centre for diffraction data (USA).
- (2) BERTRAN, J. M., COBETA, I. (1987). Patología de las glándulas salivales. *Medicine*.
- (3) BERTRAN, J. M., FABRA, A., ALONSO, A. (1976). Cirugía de la patología benigna de la celda submaxilar. *Acta ORL Esp.* 27 IV. 81-98.
- (4) KLUG, H. P., ALEXANDER, L. E. C. (1976). X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous material. John Wiley-Sons. New York. 716 p.
- (5) PEDRAJAS, A., RODRIGUEZ, T., AGUILAR, J., ARRABAL, M., MIJAN, J. L. (1984). Estudio epidemiológico de las litiasis en Armilla (Granada). *Ars Pharmaceutica*, 25.4. 435-442.
- (6) RODRIGUEZ, T., AGUILAR, J. (1986). Estudio cristalográfico de cálculos biliares antiguos de la provincia de Granada. *Ars Pharmaceutica*. 27.1.
- (7) TORRES, C., AGUILAR, J., ZULUAGA, A., DEL RIO, S., DELA FUENTE, A. (1980). Estudio cristalográfico de 804 cálculos renales de la provincia de Granada. *Arch. Esp. Urol.* 25.4. 398-405.