

## Caracterización de la porosidad de tobas vítreas y zeolitizadas de la región oriental de Cuba mediante el análisis de emisión acústica

Rigñack-Delgado, Alfonso; Orozco-Melgar, Gerardo; Crespo-Sariol, Harold; Mariño-Peacock, Thayset; Reyes-Dalmau, Aymé

Caracterización de la porosidad de tobas vítreas y zeolitizadas de la región oriental de Cuba mediante el análisis de emisión acústica

Minería y Geología, vol. 37, núm. 2, 2021

Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa 'Dr Antonio Nuñez Jiménez', Cuba

Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=223568255002>



Esta obra está bajo una Licencia Creative Commons Atribución-NoComercial 4.0 Internacional.

## Caracterización de la porosidad de tobas vítreas y zeolitizadas de la región oriental de Cuba mediante el análisis de emisión acústica

Using acoustic emission testing to characterize porosity on zeolitic and vitreous tuffs from the eastern region of Cuba

*Alfonso Rignack-Delgado*  
*Universidad de Oriente, Cuba*  
marian@uo.edu.cu


Redalyc: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=223568255002>

 <https://orcid.org/0000-0001-7710-6047>

*Gerardo Orozco-Melgar*  
*Universidad de Moa, Cuba*

 <https://orcid.org/0000-0002-1474-0953>

*Harold Crespo-Sariol*  
*Universidad de Oriente, Cuba*

 <https://orcid.org/0000-0002-1826-582X>

*Thayset Mariño-Peacock*  
*Universidad de Oriente, Cuba*

 <https://orcid.org/0000-0001-7811-0005>

*Aymée Reyes-Dalmau*  
*Universidad de Oriente, Cuba*

 <https://orcid.org/0000-0003-4405-4273>

Recepción: 20 Marzo 2021

Aprobación: 21 Abril 2021

### RESUMEN:

En la presente investigación se utilizó la técnica de emisión acústica (EA), hasta ahora solo empleada en carbones activados, para caracterizar la porosidad de tobas vítreas y zeolitizadas de los yacimientos el Picao (TV-P) y Caimanes (TZ-C), respectivamente, y de la manifestación de tobas de Baracoa (TV-B). Las condiciones de experimentación para las tobas determinadas mediante un diseño de experimento 23 con el programa estadístico Statgraphics Centurión XV fueron: 10 ml de agua y 10 g de la muestra a 50 dB de ganancia. Se definieron las características porosas de los materiales estudiados por las técnicas clásicas (adsorción por N. y CO. y porosimetría de Hg), para comparar los resultados con la técnica de EA. Las adsorciones determinadas por N. y por CO. indicaron que la toba TV-P tiene mayor área superficial y mayor volumen de poros mientras la toba TZ-C posee una alta microporosidad con respecto a las otras muestras. La técnica de porosimetría de Hg demostró que las tobas vítreas tienen alto valor de porosidad y de volumen total de poros con valores de 49 % y 0,44 cm.<sup>3</sup>/g, respectivamente. Al comparar los resultados de la EA con las técnicas clásicas se estableció la mejor correlación con la técnica de adsorción por CO., demostrándose que la EA es capaz de detectar la microporosidad de un material.

**PALABRAS CLAVE:** tobas vítreas, tobas zeolitizadas, porosidad, emisión acústica, porosimetría de Hg, adsorción por N. y CO..

### ABSTRACT:

Acoustic emission technique (EA), only used in activated carbons was used in this study to characterize the porosity of vitreous and zeolitic tuffs from El Picao (TV-P) and Caimanes (TZ-C) deposits, respectively, and manifestation of tuffs from Baracoa (TV-B). 10 ml of water and 10 g of the sample at 50 dB gain were the experimental conditions for the tuffs, determined by an experiment design 23 with the Statgraphics Centurion XV statistical program. Porous characteristics of the materials studied were defined by the classical techniques (N. and CO. adsorption and Hg porosimetry), for comparing results with the EA technique. The adsorptions determined by N. and CO. show that TV-P tuff has a greater surface area and greater pore volume while TZ-C tuff has a high microporosity with respect to the other samples. The Hg porosimetry technique showed that the vitreous tuffs have

high porosity and total volume pore values of 49% and 0.44 cm.<sup>3</sup>/g, respectively. When comparing the results of EA with classical techniques, the best correlation was established with the CO<sub>2</sub> adsorption technique, showing that EA is capable of detecting the microporosity of a material.

**KEYWORDS:** vitreous tuffs, zeolitic tuffs, porosity, acoustic emission, Hg porosimetry, N<sub>2</sub> and CO<sub>2</sub> adsorption.

## 1. INTRODUCCIÓN

Los materiales porosos han abarcado numerosas áreas de investigación debido a sus variadas aplicaciones. Muchos sólidos que poseen poros de dimensiones cercanas a las moleculares son usados como adsorbentes selectivos debido a la especificidad fisicoquímica que despliegan hacia ciertas moléculas. Adsorbentes con estas propiedades selectivas incluyen carbones en sus diferentes modalidades (activados, fibras, tamices grafitados, fullerenos, nanotubos) (Hernández 2010; Seaton et al. 2009), sílice microporosa y diferentes tipos de rocas volcánicas por la presencia en ellas de minerales del grupo de las zeolitas. Entre las rocas volcánicas destacan las tobas, menos comunes pero de gran importancia comercial.

A partir de la precipitación de fluidos contenidos en los poros, o por la alteración del vidrio volcánico, así como las condiciones de presión, temperatura, actividad de las especies iónicas y presión parcial de agua, tiene lugar la formación de zeolitas naturales (Curi et al. 2006). De ahí que las tobas estén compuestas por minerales del grupo de las zeolitas y otros como cuarzo y feldespatos. Una parte del vidrio volcánico de la roca puede no estar alterado, por lo que los contenidos de zeolitas no sobrepasan el 90 %.

Desde 1971 cuando las rocas zeolíticas fueron descubiertas en Cuba comenzaron las experimentaciones para su evaluación como materia prima mineral para los usos más perspectivas, reportando resultados satisfactorios o alentadores (Rojas et al. 2013) en prácticamente todas las aplicaciones. En el sector industrial, principalmente como adsorbentes muy selectivos, intercambiadores iónicos y catalizadores con actividades y selectividades excepcionales en un gran número de reacciones (Hernández et al. 2005).

Cuba cuenta con recursos prospectados por más de quinientos millones de toneladas en varios yacimientos de tobas alteradas, tobas vítreas (vidrio volcánico) y tobas zeolitizadas con distintos grados de estudio, distribuidos por toda la isla y con perspectivas de ser explotadas (Pérez-Rodríguez 2011).

En la provincia de Holguín existen gran número de rocas porosas. A unos 24 km del municipio de Moa, provincia de Holguín, se encuentra el depósito de rocas zeolitizadas conocido como yacimiento Caimanes. En él se han identificado tobas vitroclásticas que contienen minerales del grupo de las zeolitas, como la clinoptilolita-heulandita y la mordenita (Frazao-Ndumba et al. 2007). En el depósito del municipio Sagua de Tánamo (El Picao) el material tobáceo se caracteriza por ser vitroclástico y vitrocrystaloclastico de color blanco grisáceo.

Para su correcta aplicación, es imprescindible conocer la estructura porosa de este tipo de materiales, para ello se emplean distintas técnicas de caracterización: difracción de Rayos X, microscopía electrónica de barrido, espectroscopia infrarroja, resonancia magnética nuclear analizando <sup>29</sup>Si, <sup>27</sup>Al, <sup>129</sup>Xe, adsorción física de gases y porosimetría de Hg (Sing and Williams 2004; Hernández et al. 2010). Estas técnicas tienen una utilidad limitada por separado y solamente una combinación de ellas puede dar una información completa.

Existen métodos empíricos como el de las Curvas Diferenciales de Adsorción (CDA) (Zhu and Lu 2000) que actualmente han sido propuestos y aplicados con éxito para la caracterización de distintos medios porosos. La heterogeneidad mostrada por ellos puede ser atribuida a la presencia de distintas fases cristalinas, a la rugosidad de la superficie o bien a la presencia de impurezas. Debido a esto, es recomendable emplear estudios de determinación de la distribución del tamaño de poros que no consideren un mecanismo de adsorción específico, pero que ilustren de manera fenomenológica el proceso de llenado de los poros (Hernández et al. 2005).

El proceso de llenado de los poros utilizando un solvente produce un sonido que puede explicar la porosidad del material. Se ha reportado la determinación de la porosidad de rocas empleando técnicas no destructivas que utilizan ultrasonido generado por láser y también el estudio de emisión acústica en rocas andesíticas para evaluar su agrietamiento mediante una prueba de compresión (Filipussi et al. 2015). Recientes investigaciones, utilizando técnicas de emisión acústica (EA), han tenido resultados satisfactorios en la evaluación de la porosidad de carbones activados granulares (CAG) utilizados en la producción del ron. Los estudios se han basado en el análisis de la envolvente de la señal que se produce por el sonido, al poner el material en contacto con agua (Crespo Sariol et al. 2016; Crespo Sariol et al. 2017). La técnica fue correlacionada con los resultados de porosidad y el área superficial determinada por las técnicas de adsorción con argón a 87 K y N<sub>2</sub> a 77 K.

Teniendo en cuenta las potencialidades del material tobáceo en la región de Holguín, que es poroso al igual que el carbón activado, con similares aplicaciones, y la necesidad de la implementación de técnicas analíticas que estén al alcance del país, se ha desarrollado esta investigación con el objetivo de caracterizar la porosidad de las tobas de los yacimientos ubicados en la región de Holguín y Guantánamo utilizando el análisis de EA, técnica que está siendo evaluada y estudiada por investigadores de la Universidad de Oriente, y de la cual existen referencias y publicaciones en los últimos cinco años.

## 2. MATERIALES Y MÉTODOS

Se emplearon tobas zeolitizadas del yacimiento Caimanes (TZ-C) y de las manifestaciones de tobas vítreas del Pícao (TV-P) y Baracoa (TV-B), ubicadas las dos primeras en localidades de la provincia de Holguín, y en Guantánamo, la última. Estos materiales se llevaron a una granulometría de + 0,85 mm y - 1,7 mm para asemejar el tamaño del grano de los carbones activados, que es donde se ha experimentado la utilización de la técnica de EA.

### 2.1. Técnica de emisión acústica (EA)

Las muestras fueron primeramente caracterizadas por la técnica de EA bajo las mismas condiciones reportadas por Crespo Sariol et al. (2017a); Crespo Sariol et al. (2017b); Peacock et al. (2020b), pero con ciertas modificaciones. Las modificaciones fueron evaluadas mediante un diseño de experimento (DDE) factorial multinivel (2<sup>3</sup>) realizado con el software Statgraphics Centurión XV, donde se analizó la influencia del volumen de líquido y la masa de la muestra para la obtención de la mayor intensidad de la señal de EA.

En la Figura 1 se muestra la instalación experimental de la técnica de EA donde primeramente el material a analizar es colocado en el vaso de precipitado que se encuentra dentro del gabinete aislador acústico (1), el cual tiene acoplado un micrófono de alta sensibilidad para captar el sonido que se produce por el contacto del agua (que entra por el embudo separador) con el material. El sonido es amplificado en (2) y digitalizado en (3) para luego la señal ser registrada en la computadora y procesada con ayuda del software MATLAB®.

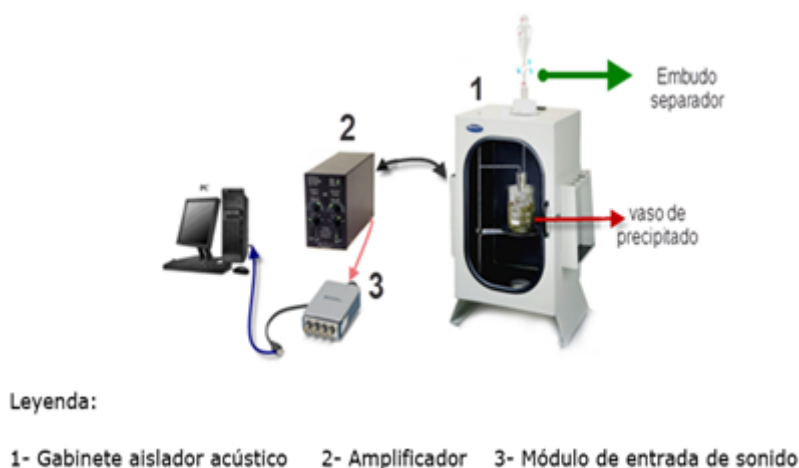


FIGURA 1.  
Instalación experimental de la técnica de emisión acústica.

### 2.1.1. Procesamiento de la señal

La metodología y análisis de la señal fue realizada siguiendo un procedimiento similar planteado por otros autores (Crespo Sariol 2017b; Macías 2015; Peacock et al. 2020a). Para seleccionar las bandas de frecuencia analizadas fue tomado en cuenta el comportamiento de la energía de la señal en el tiempo, garantizando un patrón similar para todas las muestras analizadas.

El rango de frecuencia seleccionado para el análisis fue de 1-1.6 kHz pues no se reportaron interferencias externas. Teniendo en cuenta que existían frecuencias más altas que no se estaban analizando, en esta investigación se realizó el análisis de todas las frecuencias que mostró la señal en el rango de 0,8 kHz - 25 kHz, realizándose un filtrado de la señal en ese mismo intervalo como se muestra en la Figura 2.

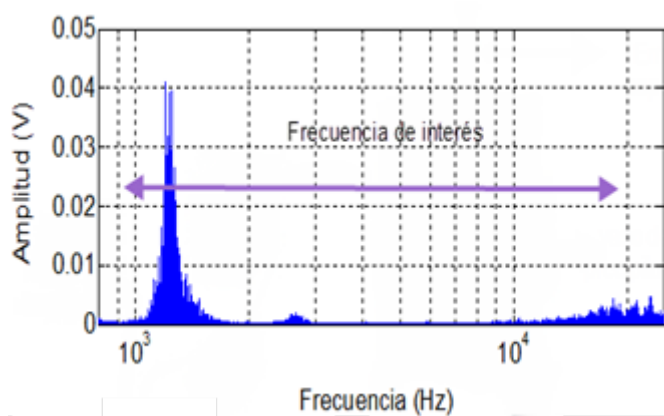


FIGURA 2.  
Rangos de frecuencia analizados en la investigación.

Basados en la envolvente de los rangos de frecuencia analizados (Crespo Sariol et al. 2017b) se estimó el grado de porosidad de las muestras. La envolvente fue obtenida mediante la transformada de Hilbert que es definida en la ecuación 1. Esta facilita la formación de la señal analítica, la cual es útil para el procesamiento de la señal.

$$H(x) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x(t)}{x-t} dt \quad (1)$$

Los resultados obtenidos con CAG establecen una relación entre la envolvente de la señal obtenida con el análisis de EA y el grado de agotamiento del carbón activado por compuestos orgánicos introducidos en los poros (Crespo Sariol et al. 2017a; Crespo Sariol et al. 2017b). A partir de esta idea se realizó el análisis de sonido de tobas de diferentes yacimientos, para evaluar su grado de porosidad, el que está definido por sus características mineralógicas.

## 2.2. Técnicas clásicas

Con el objetivo de validar los resultados obtenidos por la técnica de EA, se emplearon técnicas clásicas: adsorción con N<sub>2</sub> y CO<sub>2</sub> y porosimetría de mercurio (Hg). Los ensayos se llevaron a cabo en la universidad de Hasselt (Bélgica) y en la de Wroclaw (Polonia).

La estructura de poros de las tobas TV y TZ fueron determinadas por adsorción con N<sub>2</sub> 77K y CO<sub>2</sub> a 273 K usando un sistema de adsorción volumétrico totalmente automatizado Autosorb-iQS y el Autosorb 1, respectivamente. La técnica de porosimetría de Hg fue realizada con el Micromeritics Autopore IV 9510.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Primeramente, se analizaron los resultados obtenidos utilizando la técnica de EA y luego se compararon con los obtenidos empleando las técnicas clásicas antes mencionadas.

### 3.1. Análisis del experimento de EA

Los resultados del DDE realizado en el Software Statgraphics Centurión XV determinaron que las condiciones óptimas de desarrollo de la técnica son: 10 ml de volumen de agua y 10 mg de la muestra. Bajo estas condiciones fue que se obtuvieron los resultados de la técnica de EA aplicada a las tobas.

La Figura 3a muestra la potencia de amplitud de la señal de EA para las tobas estudiadas, se observa como en el tiempo la intensidad se mantiene constante y como la amplitud de la señal es mayor para la toba TZ-C, esto puede estar asociado a la microporosidad del material zeolítico, donde penetra el agua por el tamaño de su molécula. La Figura 3b presenta los espectrogramas de las señales. Se observan componentes de las altas frecuencias en las tobas TV-P y TV-B en los primeros segundos de la señal.

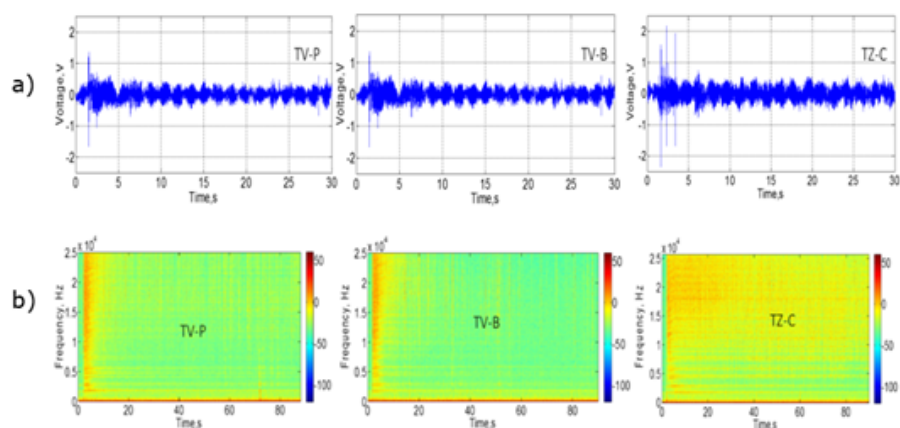


FIGURA 3.

a) Potencia de la amplitud de la señal acústica de las muestras; b) espectrogramas de la señal acústica.

La propagación del sonido es un complejo proceso que envuelve la dinámica de una burbuja, así como sus iteraciones, de esta forma se puede observar un amplio rango de componentes de frecuencia en la señal obtenida.

En estudios de EA realizados por Crespo Sariol et al. (2017a) y Crespo Sariol et al. (2017b) con el CAG se observó un típico componente de frecuencia alrededor de 1-1,5 kHz por lo que fue escogido 1,3 kHz como la frecuencia de interés pues esta caracterizó el grado de agotamiento del carbón en un filtro y estaba libre de interferencias. El mismo comportamiento, aunque algo desplazado debido quizá al cambio en las condiciones del experimento, fue observado para las muestras de tobas estudiadas. De esta forma la técnica se considera válida para este tipo de materiales por lo que puede ser usada para su caracterización.

La Figura 4 muestra el rango espectral de 0,8-25 kHz de cada una de las muestras, así como componentes en las altas frecuencias que se pueden observar con mayor intensidad en la muestra de toba TZ-C, lo cual está asociado a sus características de porosidad.

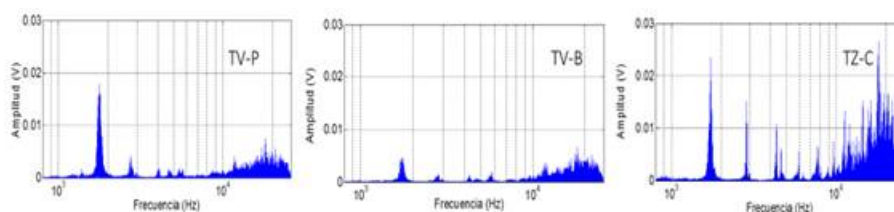


FIGURA 4.

Distribución de los componentes de frecuencia en las muestras.

Se filtró la señal, obteniéndose una curva suavizada que se muestra en la Figura 5. Se puede observar las tipologías de curvas (Crespo Sariol et al. 2017a) asociadas a la porosidad del material donde se ponen de manifiesto dos correlaciones: la de Tipo III, con baja microporosidad y alta macroporosidad, que muestra un amplio pico de alta amplitud seguido de un abrupto decrecimiento, que se corresponde con las curvas de las tobas TV-P y TV-B; y otra de Tipo II, con alta microporosidad y baja macroporosidad, representada por un pico principal de amplitud moderada y escala de tiempo retardada, que se corresponde con la muestra TZ-C.



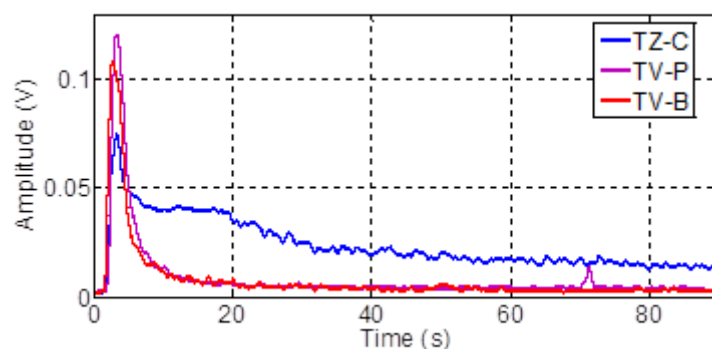


FIGURA 5.

Señal envolvente de las muestras, luego de filtrada la señal en el rango de 0,8 -25 kHz.

El área bajo la curva de la señal envolvente constituye la superficie de sonido (SS), expresada en voltaje por segundo (V.s). Los valores se muestran en la Tabla 1, observándose significativas diferencias entre ellas. Las muestras de tobas vítreas presentan menor SS debido a que son más meso y macroporosas, esto puede explicar el alcance de la técnica de EA, donde para la muestra de toba TZ-C la SS es mayor debido a su microporosidad. De esta forma se pueden obtener las superficies de sonido para otros materiales porosos y establecer diferencias entre los mismos.

TABLA 1.

Valores de la superficie de sonido de la señal

Muestras	SS (V.s)
TV- P	0,741
TV- B	0,667
TZ- C	2,150

### 3.2. Análisis de las isotermas de adsorción

Las isotermas de adsorción de N<sub>2</sub> a 77 K y CO<sub>2</sub> a 273 K fueron realizadas a presión relativa,  $p/p_0$  contra volumen adsorbido en cm<sup>3</sup> STP (a condiciones estándar de temperatura y presión, STP por sus siglas en inglés) por gramo de toba.

En la Figura 6 se aprecian isotermas de adsorción de N<sub>2</sub> tipo híbrido I-IV para la muestra de TZ-C, características para tobas zeolitizadas, indicando la existencia de microporosidad estrecha. Estas presentan isotermas de adsorción que se desvían del carácter tipo I, especialmente en la zona de altos valores de  $p/p_0$ . Ello se debe tanto a la formación de capas multimoleculares de adsorción como al fenómeno de condensación capilar que se desarrolla en los mesoporos o porosidad secundaria. Del mismo modo, puede ser a la presencia de arcillas y cuarzo dentro de los adsorbentes microporosos reales (Hernández et al. 2005, Hernández et al. 2010).

En las muestras TV-P y TV-B las isotermas corresponden al tipo II de la clasificación de la IUPAC (Marsh & Reinoso 2006), presentando una subida asintótica respecto a la línea  $Pr = 1$  en la rama de adsorción, lo que indicó que el ángulo de mojadura con la capa previamente adsorbida fue cero. Este resultado estuvo en correspondencia con los de Flores et al (2009) al estudiar rocas volcánicas cubanas de otro yacimiento, lo que puede indicar características similares para las tobas vítreas de Cuba.



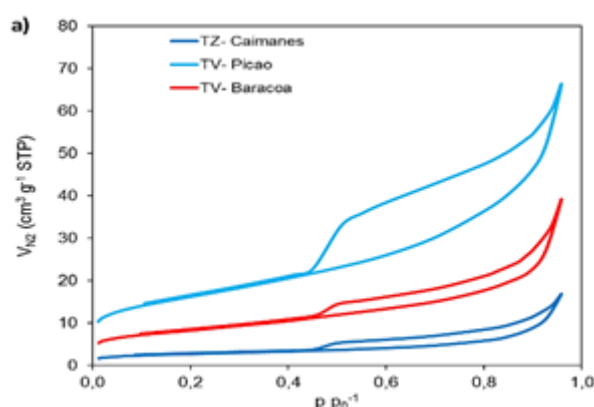


FIGURA 6.

Isotermas de adsorción-desorción de N<sub>2</sub> a 77 K para las muestras objeto de estudio.

Las isotermas de CO<sub>2</sub> en la Figura 7 ofrecen información acerca de la microporosidad más estrecha correspondiente a aquellos poros de dimensiones inferiores a los 0,7 nm. La toba TZ-C presenta el mayor volumen de microporos estrechos y es la que más adsorbe CO<sub>2</sub> bajo estas condiciones, confirmando que las zeolitas adsorben selectivamente al CO<sub>2</sub> a temperatura ambiente (Hernández 2010).

El vidrio volcánico (toba vítrea) al parecer ha sido menos estudiado, incluso a nivel internacional son escasos los trabajos de caracterización (Flores et al. 2009) por lo que no se encontraron referencias de comparación, y según estos resultados, no son microporosas.

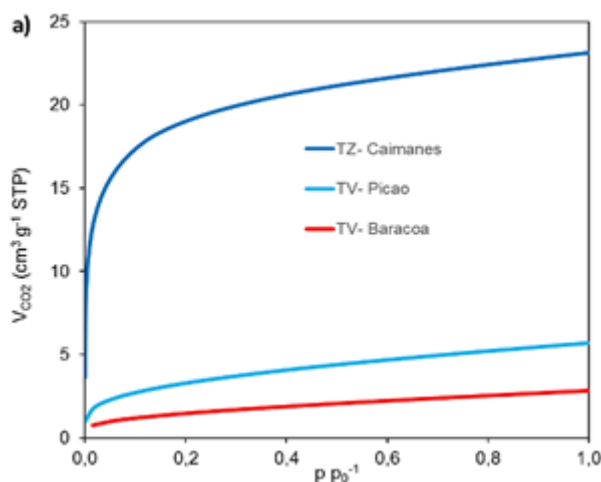


FIGURA 7.

Isotermas de adsorción de CO<sub>2</sub> a 273 K.

De las características texturales de las muestras (Tabla 2) se observa que el volumen de microporos (VDR, CO<sub>2</sub>) obtenidos de la isoterma de adsorción de CO<sub>2</sub> a 273 K es mayor para la muestra de toba TZ-C comparado con el volumen total de microporos (VDR, N<sub>2</sub>), que mide todos los poros por debajo de 50 nm; este comportamiento refleja las restricciones cinéticas para que el N<sub>2</sub> acceda a la microporosidad estrecha. Similar comportamiento se evidencia en los resultados de las áreas superficiales (S<sub>0</sub> Vs SBET).

Los resultados de SBET y VT\* en las tobas vítreas están en correspondencia con los mostrados en investigaciones anteriores (Flores et al. 2009). Es importante destacar que estos valores son pequeños en comparación con otros adsorbentes microporosos como carbones activados y alúminas.

En estudios realizados en Turquía, el vidrio volcánico mostró áreas superficiales no mayores de 2,5 m<sup>2</sup>/g (Alkan & Dogan 2001), es decir, menos que la décima parte del aquí estudiado. Aunque estos autores

no publicaron datos sobre la porosidad ni composición de fases de los materiales estudiados por ellos, es de suponer que con esos valores el volumen de poros sea muy pequeño, lo que indica que las impurezas sean pocas. Se deduce entonces que los valores relativamente altos de superficie específica, meso y macroporosidad del vidrio volcánico cubano están relacionados, en gran medida, con la presencia de la montmorillonita y los otros minerales acompañantes, y por los procesos de formación, de aglutinamiento y compactación experimentados durante su estancia en el yacimiento (Flores et al. 2009).

TABLA 2.  
Parámetros texturales obtenidos de la isoterma de adsorción  
de N<sub>2</sub> a 77 K y CO<sub>2</sub> a 273 K para los materiales tobáceos

	N <sub>2</sub>						CO <sub>2</sub>			
	S <sub>BET</sub>	V <sub>T</sub> *	V <sub>DR</sub>	V <sub>DR</sub> /V <sub>T</sub>	E <sub>0</sub>	L <sub>0</sub> **	V <sub>DR</sub>	S <sub>0</sub> ***	E <sub>0</sub>	L <sub>0</sub> **
	m <sup>2</sup> /g	cm <sup>3</sup> /g	cm <sup>3</sup> /g	-	kJ/mol	nm	cm <sup>3</sup> /g	cm <sup>2</sup> /g	kJ/mol	Nm
TZ-C	10	0,0259	0,004	0,154	12,891	1,862	0,057	523,967	61,039	0,217
TV-B	29	0,0605	0,012	0,198	14,013	1,713	0,013	81,965	45,447	0,317
TV-P	57	0,1023	0,023	0,224	14,657	1,637	0,007	37,588	40,397	0,372

### 3.3. Porosimetría de mercurio

De la porosimetría de mercurio (Tabla 3) se observa que la densidad aparente y la esquelética no varían significativamente entre las muestras, debido a que las zeolitas comparten características similares con el vidrio volcánico ya que el vidrio volcánico es el material a partir del cual, en determinadas condiciones hidrotermales, éstas se originan (Flores et al. 2009).

Al analizar el área superficial por adsorción con N<sub>2</sub>, SBET (Tabla 2) y el área total de poros por porosimetría de mercurio (Tabla 3), los resultados mostraron una buena correspondencia, pues los valores no se diferenciaron mucho para cada muestra analizada. El porcentaje de porosidad es menor en la muestra de TZ-C debido a su alta microporosidad, donde el mercurio, por el tamaño de sus moléculas, no tiene mucho acceso.

TABLA 3.  
Resultados de la porosimetría de mercurio

Muestra	Densidad aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Volumen total de intrusión (cm <sup>3</sup> /g)	Área total de poros (m <sup>2</sup> /g)	Porosidad (%)
TV-P	1,109	0,442	49,1	49,1
TV-B	1,131	0,439	29,3	49,6
TZ-C	1,893	0,067	11,2	12,7

Los resultados anteriormente analizados evidencian la microporosidad de la toba TZ-C y la meso y macroporosidad de las tobas TV-P y TV-B.

### 3.4. Correlación de las técnicas clásicas con la EA

Se establecieron correlaciones entre los resultados por EA y los obtenidos con las técnicas de adsorción de gases y porosimetría de mercurio. La superficie de sonido (SS) puede dar información sobre la cantidad y la tasa total de burbujas producidas y su volumen. Por lo tanto, proporciona información sobre el potencial de burbujas producido durante todo el proceso de burbujeo en el dominio del tiempo, ya que estas burbujas de aire se forman por escapes de los poros del material estudiado, entonces el valor de SS se puede correlacionar con las características porosas de las tobas zeolitizadas y vítreas, tal como se muestra en la Figura 8.

Según los gráficos, se pueden ajustar modelos logarítmicos y exponenciales crecientes para las Figuras 8a y 8c, coincidiendo con los resultados de Crespo et al. (2017a) para carbón activado granular, donde se plantea que la correlación no lineal encontrada entre los métodos no es inesperada considerando que el fenómeno acústico obedece a una función logarítmica.

La Figura 8b se ajusta a un modelo lineal creciente con buenos coeficientes de regresión, debido a que el CO<sub>2</sub> es una molécula pequeña que, al igual que las moléculas de agua, puede penetrar en la microporosidad y ser detectada con gran agudeza por la técnica de sonido.

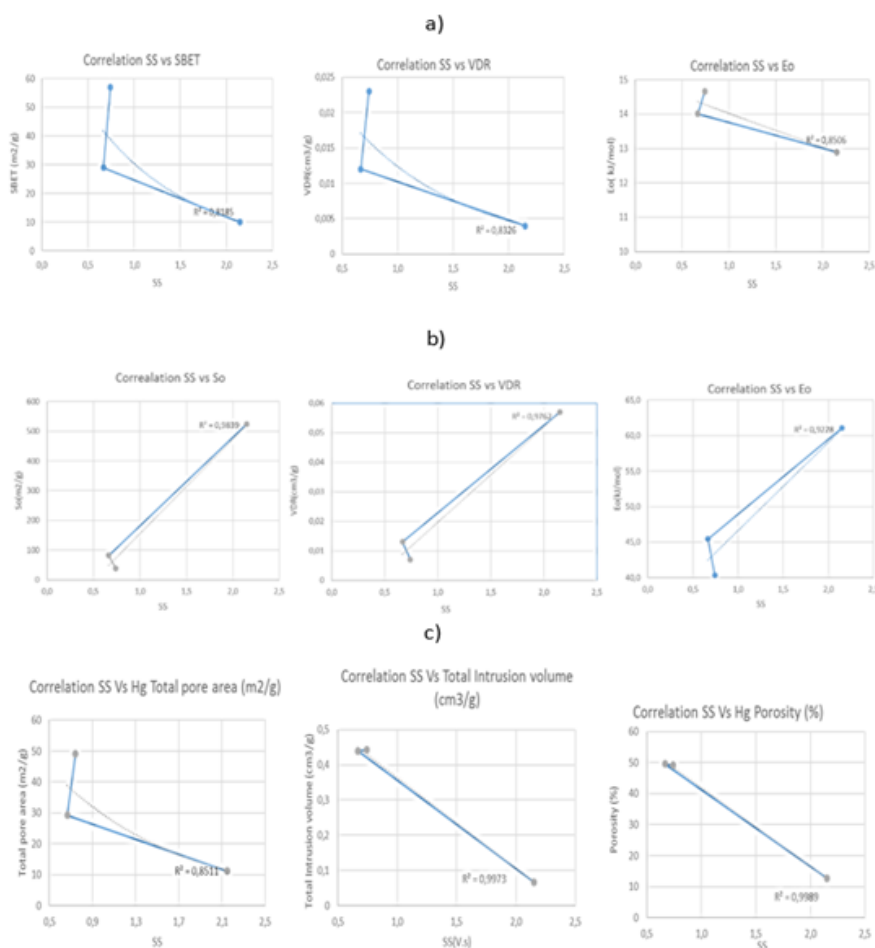


FIGURA 8.

Correlación entre las características porosas de las muestras estudiadas y la superficie de sonido de la envolvente de la señal filtrada de 0,8 – 25 kHz.

a) y b) adsorción por N<sub>2</sub> y CO<sub>2</sub> respectivamente, c) porosimetría de Hg.

#### 4. CONCLUSIONES

Se determina que las condiciones óptimas de desarrollo para el análisis de la porosidad de muestras de tobas empleando la técnica de EA son 10 ml de agua y 10 g de la muestra, a 50 dB de ganancia.

Las técnicas de adsorción por N<sub>2</sub> y CO<sub>2</sub> revelaron para las tobas vítreas TV-P y TV-B mayor área superficial y mayor volumen de poros, y una alta microporosidad para la toba zeolitizada TZ-C.

La porosimetría de Hg mostró altos valores de porosidad (49 %) y de volumen total de poros (0,44 cm<sup>3</sup>/g) en las tobas vítreas TV-P y TV-B.

La mejor correlación entre los resultados se obtuvo entre la técnica de emisión acústica y los de adsorción por CO<sub>2</sub>.

Se constata que la técnica de EA es capaz de detectar la microporosidad de un material.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al profesor Dr. Jan Yperman de la Universidad de Hasselt, Bélgica que viabilizó el uso de todas las técnicas clásicas, así como al laboratorio de acústica aplicada de la Facultad de Mecánica de la Universidad de Oriente.

#### 5. REFERENCIAS

- Alkan, M., and Dogan, M., 2001: Adsorption of copper (II) onto perlite: *Journal of Colloid and Interface Science*, 243(2): 280-291.
- Crespo Sariol H, Y. J., Brito SA, Carleer R, Navarro CJ, et al., 2016: Novel acoustic approach for the characterization of granular activated carbons used in the rum production. *Ultrasonic*, 70: 53-63.
- Crespo Sariol, H., Mariño Peacock, T., Yperman, J., Leyssens, K., Meynen, V., Sanchez Roca, A., Carvajal Fals, H., Brito Sauvanell, A., Carleer, R., and Navarro Campa, J., 2017a: Characterization of thermally regenerated activated carbons used in rum production by acoustic emission analysis, N. and Ar gas adsorption. *Journal of Advanced Chemical Engineering*, 7(1): 1-10.
- Crespo Sariol, H; M. P., Yperman J Sanchez RA, Carvajal FH, et al., 2017b: Comparative study between acoustic emission analysis and immersion bubblemetric technique, TGA and TD-GC/MS in view of the characterization of granular activated carbons used in the rum production. *Beverages*, 3(1): 12
- Curi, A., Granda, W. J., Lima, H. M., and Sousa, W. T., 2006: Las Zeolitas y su Aplicación en la descontaminación de efluentes mineros. *Información tecnológica*, 17(6): 111-118.
- Filipussi, D., Guzmán, C., Xargay, H., Hucailuk, C., and Torres, D., 2015: Study of acoustic emission in a compression test of andesite rock. *Procedia Materials Science*, 9: 292-297.
- Flores, A. B., Castro, G. A., de Oca, D. R. M., Paez, S. R., Cordero, R. L., and Pérez, M. A., 2009: Características superficiales de un vidrio volcánico cubano y remoción de Cu<sup>2+</sup> desde disoluciones acuosas. *Revista Latinoamericana de Recursos Naturales*, 5(3): 238-252.
- Frazao-Ndumba, M., Orozco Melgar, G., Coello-Velázquez, A. L., and Aguado Menéndez, J. M., 2007: Caracterización mineralógica de tobas zeolitizadas del yacimiento Caimanes para su beneficio por molienda diferencial. *Minería y Geología*, 23(4): 1-18.
- Hernández, M., Rojas, F., Lara, V., Portillo, R., Castelán, R., Pérez, G., and Salas, R., 2010: Estructura porosa y propiedades estructurales de mordenita y clinoptilolita. *Superficies y vacío*, 23: 51-56.
- Hernández, M. Á., Rojas, F., Corona, L., Lara, V. H., Portillo, R., Salgado, M. A., and Petranoskii, V., 2005: Evaluación de la porosidad de zeolitas naturales por medio de curvas diferenciales de adsorción. *Revista internacional de Contaminación Ambiental*, 21(2): 71-81.

- Hernández, M. A. P., R.; Salgado, M. A.; Rojas, F.; Petranoskii, V.; Pérez, G.; Salas, R. , 2010: Comparación de la capacidad de adsorción de CO<sub>2</sub> en clinoptilolitas naturales y tratadas químicamente Superficies y vacío. *Superficies y vacío*, 23: 67-72
- Macías, E. J. R., A.S.; Fals, H.C.; Muro, J.C.S.; Fernández, J.B. 2015: Characterisation of friction stir spot welding process based on envelope analysis of vibro-acoustical signals. *Sci. Technol. Weld. Join*, 20(2): 172-180.
- Marsh, H., and Reinoso, F. R., 2006: Activated carbon, Elsevier.
- Peacock, T. M., Sariol, H. C., Roca, Á. S., Torres, J. P., Gryglewicz, G., Yperman, J., and Carleer, R., 2020a: Acoustic energy isotherms: An emergent approach for textural characterization of activated carbons. *Microporous and Mesoporous Materials*, 298: 110045.
- Peacock, T. M., Sariol, H. C., Yperman, J., Roca, Á. S., Carleer, R., Torres, J. P., Reggers, G., Haeldermans, T., Thijssen, E., and Samyn, P., 2020b: Improvement of a new Acoustic Emission Analysis technique to determine the activated carbon saturation level: a comparative study. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(2): 103794.
- Pérez-Rodríguez, Y., 2011: Evaluación de tobas vítreas y zeolitizadas de la provincia Holguín para su utilización como puzolana natural en la construcción. *Ciencia & Futuro*, 1(4): 41-51.
- Rojas, A. B., Correa, D. P. C., and González, R. B., 2013: *Papel actual de las zeolititas para el desarrollo local en la rama agropecuaria*: V CONGRESO CUBANO DE MINERIA.
- Seaton, N., Kaskel, S., Reinoso, F. R., and Llewellyn, P., 2009: Characterisation of porous solids VIII: proceedings of the 8th International Symposium on the Characterisation of Porous Solids, Royal Society of Chemistry.
- Sing, K. S., and Williams, R. T., 2004: The use of molecular probes for the characterization of nanoporous adsorbents. *Particle & Particle Systems Characterization*, 21(2): 71-79.
- Zhu, H., and Lu, G., 2000: Estimating pore size distribution from the differential curves of comparison plots. *Studies in Surface Science and Catalysis*, 128: 243-250

## INFORMACIÓN ADICIONAL

*Conflicto de intereses*: Los autores declaran que no existen conflictos de intereses

*Contribución de los autores*: MRD, GOM y ARD: recolección de muestras, análisis de los resultados, redacción y revisión del manuscrito. HCS y TMP: experimentación y análisis de los resultados, aprobación de la versión final.