

## Preliminary studies on hydrated cement for its reuse in geopolymers

Yasna Pamela Segura-Sierpe <sup>a,b</sup>, María Victoria Borrachero-Rosado <sup>b</sup>, José María Monzó-Balbuena <sup>b</sup>  
& Jordi Payá-Bernabeu <sup>b</sup>

<sup>a</sup> Facultad de Ingeniería, Universidad de Magallanes, Punta Arenas, Chile. [yasna.segura@umag.cl](mailto:yasna.segura@umag.cl)

<sup>b</sup> Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón, Universitat Politècnica de Valencia, Valencia, España. [vborrachero@cst.upv.es](mailto:vborrachero@cst.upv.es), [jmmonzo@cst.upv.es](mailto:jmmonzo@cst.upv.es), [jjpaya@cst.upv.es](mailto:jjpaya@cst.upv.es)

Received: November 15<sup>th</sup>, 2015. Received in revised form: February 24<sup>th</sup>, 2016. Accepted: March 2<sup>nd</sup>, 2016.

### Abstract

The carbonation of hydrated ordinary Portland cement (OPC) allows the transformation of hydrated calcium aluminates and silicates into calcium carbonate and amorphous silica/ alumina. These carbonated materials are appropriate to being used as inorganic precursors for alkaline activation. The use of sodium silicate and hydroxide solutions enables the production of cementitious gels. Two ways of carbonation of hydrated cement were studied: in a dry environment, where relative humidity did not exceed 70% and in an aqueous medium at a temperature of  $5 \pm 1$  ° C. Both materials were micro-structurally characterised and they have been used for the manufacturing of geopolymeric mortars. These mortars reached mechanical strength between 10 and 20 MPa, depending on the activating solution, the water/binder ratio and curing time/temperature. These results show the feasibility of reusing hydrated cement contained in construction and demolition wastes.

*Keywords:* Alkali activation; carbonation; geopolymer; hydrated cement; mechanical strength; microstructure; waste.

## Estudios preliminares sobre cemento hidratado para su reutilización en geopolímeros

### Resumen

La carbonatación de cemento Pórtland hidratado permite la transformación de los silicatos y aluminatos cálcicos hidratados en carbonato cálcico y sílice/alúmina amorfas. Estos materiales carbonatados son susceptibles de ser usados como precursores inorgánicos para su activación alcalina. El uso de disoluciones de hidróxido y silicato sódico permite la obtención de geles cementantes. Se han estudiado dos vías de carbonatación de cemento hidratado; en un ambiente seco, donde la humedad relativa no sobrepasaba el 70 % y en un medio acuoso a temperatura de  $5 \pm 1$  o C. Ambos materiales se han caracterizado microestructuralmente y han sido utilizados para la fabricación de morteros geopoliméricos. Estos morteros alcanzaron resistencias mecánicas entre 10 y 20 MPa, dependiendo de la disolución activadora, la relación agua/binder y del tiempo/temperatura de curado. Estos resultados demuestran la viabilidad de la reutilización de cemento hidratado presente en los residuos de construcción y demolición.

*Palabras clave:* Activación alcalina; carbonatación; cemento hidratado; geopolímero; microestructura; residuo; resistencia mecánica.

### 1. Introducción

El cemento Pórtland (del inglés: ordinary Portland Cement, OPC) es uno de los materiales de mayor producción a nivel mundial. En su fabricación se emiten grandes cantidades de gases de efecto invernadero. Se calcula que 1 ton de clínker de OPC produce aproximadamente 1 ton de CO<sub>2</sub> que se emite a la atmósfera y, además también se consume en el proceso una gran cantidad de energía y de

recursos naturales (aproximadamente 1.5 ton de materia prima es necesaria para producir 1 ton de clínker) [1-2].

En la industria de la construcción se generan residuos en gran volumen, como son los residuos de construcción y demolición (CDW). En España se estima que se producen alrededor de 2 kg por habitante y día de dichos residuos [3]. La composición de los CDW es muy heterogénea están formados, en su mayor parte, por mezclas de áridos, hormigones, piedra, materiales cerámicos, gravas y arenas,

suelo y, en menor medida, metales, vidrios y plásticos, entre otros [4]. Además, en algunas plantas de reciclaje, debido al lavado de los residuos, se obtienen 5-8 ton por hora de limo, dependiendo del tamaño de la planta y la cantidad de material a procesar, siendo este residuo un problema importante [5].

A partir de estos problemas ambientales, los científicos y la industria del cemento están estudiando la forma de disminuir las emisiones de CO<sub>2</sub>, y además, están valorando la reutilización y aprovechamiento de los residuos sólidos, provenientes de los distintos sectores industriales y, por supuesto, de la construcción. Así, una posible vía alternativa está encaminada hacia la sustitución parcial del OPC por residuos los cuales están compuestos mayoritariamente de sílice (SiO<sub>2</sub>) y/o alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); los residuos más usados son: la ceniza volante, humo de sílice, puzolanas naturales o el catalizador de craqueo catalítico [6-7] o el uso de otros tipos de conglomerantes como los geopolímeros o conglomerantes de activación alcalina. En este sentido, se ha demostrado que estos últimos conglomerantes son más sostenibles y contaminan menos que el cemento tradicional [8-10]. Uno de los puntos clave en este tipo de conglomerantes es que no requieren la descarbonatación de la caliza para su elaboración [11] y, además, se pueden obtener prestaciones mecánicas similares a las obtenidas con OPC [12].

Los conglomerantes de activación alcalina se preparan a partir de una sustancia precursora de composición silicoaluminosa y de una disolución activadora fuertemente alcalina [8]. Se ha investigado con éxito la fabricación de este tipo de conglomerantes utilizando como precursores residuos tales como escorias [13], cenizas volantes [14-15], catalizador de craqueo catalítico [16-17], residuos cerámicos [18-19] y residuos del vidrio [20].

De acuerdo con lo anterior, los CDW podrían ser usados como precursor mineral en la preparación de morteros y hormigones, dado su carácter silicoaluminoso. Por ejemplo, el residuo de ladrillo de arcilla roja presentan un alto contenido de SiO<sub>2</sub> (49.9 %) y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (16.6 %) esenciales para la activación alcalina [18]. Está aceptado por la normativa española (EHE-08) que parte de los residuos de hormigón pueden reutilizarse como áridos reciclados (fracción mayor de 4 mm) [21-25]. Sin embargo, la fracción más fina de hormigón, que está compuesta en su mayoría por cemento hidratado y parcialmente carbonatado, de momento tiene una aplicación muy limitada como árido reciclado, debido fundamentalmente a la elevada porosidad de las partículas. Esta fracción suele provenir de los procesos mecánicos de trituración y cribado del hormigón.

En estudios previos, se ha utilizado el limo generado en las plantas de lavado de áridos reciclados, como material precursor para elaborar conglomerante activado alcalinamente, obteniendo resultados aceptables. Además se realizaron mezclas de este limo con metacaolín y con ceniza volante, logrando aumentar significativamente la resistencia mecánica [5]. También esta fracción fina de limo se ha estudiado como componente del crudo en la preparación de nuevo clínker para el OPC. Los hormigones fabricados con este cemento han alcanzado, a los seis meses, 54 MPa [26]. Otros investigadores trabajaron con la fracción fina del CDW, la cual sometieron a tratamiento térmico. El material

tratado se combinó con OPC y ceniza volante, llegando a resistencias de hasta 18 MPa [27].

El objetivo de esta investigación se centra en la preparación de cemento hidratado y carbonatado para simular un residuo fino de demolición. Dicho material se utilizó como precursor inorgánico en la fabricación de geopolímero. Con esto se consigue cerrar el ciclo de vida del material "hormigón" puesto que se aprovecha una fracción de difícil reutilización.

## 2. Experimental

### 2.1. Materiales, equipos y métodos

#### 2.1.1. Materiales

El material de partida utilizado es el cemento Pórtland (OPC) del tipo CEM I 52.5R, clasificado de acuerdo con la norma EN 197-1:2011 [28], cuya composición química y pérdida al fuego (P.F.) se especifican en la Tabla 1. Este cemento posee un diámetro medio aproximado de 15.81 µm. Para preparar los morteros geopoliméricos se utilizó una arena silícea (módulo de finura 3.05) y una proporción arena:cemento 3:1 y la solución alcalina se preparó con hidróxido de sodio (98% pureza) y silicato sódico (28%SiO<sub>2</sub>;8% Na<sub>2</sub>O; 64% H<sub>2</sub>O).

El cemento Pórtland (OPC) de partida se hidrató de acuerdo con el estudio de Tashima et al. [29], donde se mezcló 1000 g de OPC en 5 L de agua desionizada y se agitó 2 veces al día durante un mes. A continuación se separó la parte líquida del sólido y se secó al aire a temperatura ambiente. De esta manera se obtuvo el cemento hidratado (HydC) de partida. En la parte de resultados y discusión se detallan los procedimientos de carbonatación realizados. Se prepararon dos cementos hidratados carbonatados, uno por vía seca (HCC Dry) y otro por vía húmeda (HCC Wet-Cold). El CO<sub>2</sub> usado en la carbonatación fue provisto en cilindro con una presión de 57.3 bar y pureza de 99.9 %.

#### 2.1.2. Equipos

La composición química del OPC, HCC Dry y HCC Wet-Cold se determinó por fluorescencia de rayos X (XRF) en un equipo Philips MAGIC PRO, modelo PW2400 equipado con

Tabla 1. Composición química del cemento de Pórtland, tipo CEM I-52,5R, HCC Dry y HCC Wet-Cold. (% de peso).

Óxidos	CEM I 52,5 R	HCC Dry	HCC Wet-Cold
SiO <sub>2</sub>	20.80	11.47	12.14
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.60	2.90	2.79
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.80	2.29	2.46
CaO	65.60	44.26	43.02
MgO	1.20	1.04	1.46
SO <sub>3</sub>	1.70	1.64	0.88
K <sub>2</sub> O	1.00	0.51	0.35
Na <sub>2</sub> O	0.07	0.23	0.17
TiO <sub>2</sub>	---	0.25	0.24
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	---	0.15	0.18
Cl <sup>-</sup>	---	0.06	0.04
P.F. <sup>a</sup>	2.02	35.21	36.26

<sup>a</sup> P.F: Pérdida al fuego.

Fuente: Los autores.

tubo de rodio y ventana de berilio. Las características granulométricas se determinaron por difracción de rayos láser (ADL) por medio del equipo Mastersizer 2000 de Malvern Instruments. Para el análisis termogravimétrico (TGA) se utilizó un equipo modelo TGA 850 Mettler-Toledo. El difractómetro de rayos X utilizado es un modelo Bruker AXS D8 Advance, donde la intensidad y voltaje del tubo generador de rayos X se ha ajustado a 20 mA y 40 kV respectivamente. Se registraron los difractogramas para el intervalo  $2\theta$  entre  $5^\circ$  y  $70^\circ$ , con un ángulo de paso de 0.05 grados y un tiempo de acumulación de 2 s. La microscopía de los materiales se obtuvo por medio del equipo JEOL JSM6300 aplicando a la muestra un voltaje de 20 kV.

### 2.1.3. Preparación de pastas

Para poder analizar el comportamiento de los cementos hidratados carbonatados (HCC Dry y HCC Wet-Cold) como material geopolimérico, se prepararon pastas activadas con hidróxido de sodio y silicato de sodio con relaciones de agua/binder de 0.45 y de 0.50 (donde el binder corresponde al precursor a utilizar HCC Dry o HCC Wet-Cold). Las soluciones activadoras se prepararon con mezcla de hidróxido de sodio (NaOH) y silicato de sodio (waterglass).

Se realizaron pruebas preliminares, utilizando concentraciones de  $\text{Na}^+$  entre 5 y 9 molal (molalidad en mol/kg de disolvente), y relaciones molar de  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  entre 0.34 y 1.23. Las mezclas que se prepararon se caracterizaron por tener una adecuada fluidez y al ser curadas a temperatura ambiente fraguaron a las 24 h. A partir de ello se eligieron las siguientes relaciones resumidas en la Tabla 2 donde la nomenclatura X/Y/Z corresponde a: "X" la molalidad (mol/kg) en  $\text{Na}^+$  en la disolución alcalina, "Y" es la relación molar  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  utilizada en la preparación de la solución y "Z" corresponde a la relación agua/binder (a/b).

### 2.1.4. Preparación de morteros

En los morteros activados alcalinamente de HCC Dry y de HCC Wet-Cold se mezcló el binder con solución alcalina por 1.5 min, luego se adicionó arena silícea y se mezcló de forma continua por 2.5 min. El mortero se colocó en moldes de 40 x 40 x 160 mm y fue vibrado por 3 min. Las probetas se curaron en: a) baño térmico de  $65^\circ\text{C}$  con una HR de 90 - 95% por 3 y 7 días; y b) cámara húmeda a  $20^\circ\text{C}$  y humedad relativa superior 95 %, a edades de 7 y 28 días (este curado sólo para los morteros con HCC Dry).

## 3. Resultados y Discusión

En la fracción fina del hormigón de demolición, existe fundamentalmente arena fina y cemento hidratado (y posiblemente

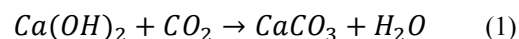
Tabla 2.  
Condiciones de las mezclas en pastas activadas alcalinamente fabricadas con HCC Dry y HCC Wet-Cold.

Mezcla (X/Y/Z)	$\text{Na}^+$ (mol/kg)	$\text{Na}_2\text{O}/$ $\text{SiO}_2$	(%) respecto al conglomerante		
			$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{SiO}_2$	$\text{H}_2\text{O}$
7/1.56/0.45	7	0.64	9.77	14.77	45
7/1.56/0.50	7	0.64	10.85	16.41	50
9/1.22/0.45	9	0.82	12.56	14.77	45
9/1.22/0.50	9	0.82	13.95	16.41	50

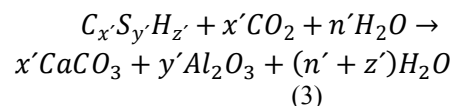
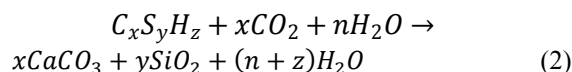
Fuente: Los autores.

también parcialmente carbonatado). En nuestro caso, se ha realizado una simulación, partiendo de un cemento puro hidratado (HydC). La reacción de activación alcalina requiere de la disponibilidad de sílice y alúmina reactivas. Sin embargo, en el cemento hidratado ambas se encuentran combinadas químicamente con calcio, fundamentalmente en forma de silicato cálcico hidratado ( $\text{C}_x\text{S}_y\text{H}_z$ ), y de aluminato cálcico hidratado ( $\text{C}_x\text{A}_y\text{H}_z$ ).

Para que en el material precursor que se va a utilizar en la elaboración del conglomerante de activación alcalina, la sílice y alúmina estén disponibles, realizamos la carbonatación del cemento hidratado HydC. En este proceso se neutraliza en primer lugar la portlandita, generando carbonato cálcico de acuerdo con la ec. (1):



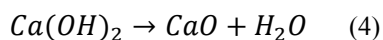
El proceso de carbonatación de los productos de hidratación del cemento no se detiene en este punto. Los geles cementantes son alterados, formando gel de sílice y alúmina amorfa según ecs. (2) y (3):



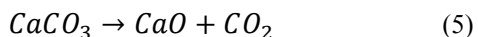
### 3.1. Carbonatación en seco

El proceso de carbonatación del cemento hidratado (HydC) se llevó a cabo con el objeto de carbonatar la portlandita presente en este material y además descomponer los silicatos y aluminatos cálcicos hidratados para obtener un material con sílice y alúmina amorfas. Para ello se siguió el procedimiento siguiente: El HydC es colocado en un desecador estanco; junto a una solución de glicerina y agua (al 30 %) y gel de sílice a fin de mantener una HR entre 60 - 70 %. Esta humedad relativa es la más apropiada, ya que se conoce que si la HR sobrepasa el 70 % la carbonatación se reduce debido a que la tasa de difusión del  $\text{CO}_2$  es más lenta, mientras que con HR menores al 50 % la carbonatación no se produce por falta de humedad suficiente en el sistema [30]. Posteriormente se ingresa  $\text{CO}_2$  al 95 % en volumen, creando una atmósfera rica en este gas. Todo este proceso se realiza a temperatura ambiente. Cada día, se hace pasar  $\text{CO}_2$  puro en el interior del desecador durante 15 min. Este proceso de renovación se repite durante 15 días. El producto obtenido es el cemento hidratado carbonatado (HCC Dry). En la Fig. 1 se observa el esquema del proceso de carbonatación en seco.

En la Fig. 2 se muestran las curvas TGA y DTG de HydC, donde se puede observar una pérdida continua en todo el intervalo de calentamiento ( $35\text{-}1000^\circ\text{C}$ ). En el primer intervalo de temperatura ( $100\text{-}300^\circ\text{C}$ ) la pérdida de masa es debida a la evaporación de agua de los compuestos presentes en el cemento hidratado, como la etringita, silicatos cálcicos hidratados y aluminatos cálcicos hidratados (C-S-H y C-A-H). En el segundo tramo ( $450\text{-}550^\circ\text{C}$ ) la pérdida de masa detectada es la debida al agua de la descomposición de la portlandita, según la ec. (4):



Por último, en el tercer tramo (700-850 °C, con un pico en la curva DTG a 806 °C) se obtiene la pérdida debida a la eliminación de CO<sub>2</sub>, correspondiente a la reacción de descomposición de los carbonatos, según la ec. (5):



En la Tabla 3 se listan los valores de las pérdidas en los diversos intervalos de temperatura así como los porcentajes de Ca(OH)<sub>2</sub> y CaCO<sub>3</sub> presentes en el material de partida.

Debemos destacar que el porcentaje tan elevado de carbonato cálcico que aparece en HydC es debido por una parte a la presencia de una pequeña cantidad de caliza en el cemento de partida (CEM I contiene aproximadamente 4.6 % de CaCO<sub>3</sub>). Además, en el proceso de secado al aire se ha producido una importante carbonatación, lo cual da lugar a un contenido de 33 % de CaCO<sub>3</sub>.

En la Fig. 3 se representan las curvas TGA/DTG de la muestra HCC Dry. En este caso podemos observar una pérdida total mayor que la obtenida para la muestra sin carbonatar (ver Tabla 3). En el intervalo de temperatura entre 100 - 300 °C existe una pérdida del orden del 7 % (Tabla 3), atribuida al agua y grupos OH residuales de la sílice y alúmina amorfas generadas, ya que debido a la carbonatación

de la muestra los productos hidratados del cemento (C-S-H y C-A-H) se han descompuesto parcialmente. Obviamente, también puede solaparse la pérdida de agua de los geles cementantes no descompuestos. Se ha producido una disminución de la pérdida en ese intervalo, porque parte de los geles cementantes han sido descompuestos por la carbonatación.

Por otra parte, la pérdida de masa entre los 450 - 550 °C supone solamente un 0.11%. A pesar de que la carbonatación ha sido intensa, no ha sido completa la transformación de la portlandita, probablemente debido a que los cristales de Ca(OH)<sub>2</sub> que se carbonatan dan lugar a una película de CaCO<sub>3</sub> que impide la carbonatación completa de las partículas, quedando en el interior de los mismos una pequeña cantidad de Ca(OH)<sub>2</sub> sin carbonatar.

La pérdida de masa correspondiente al carbonato aumenta considerablemente (Tabla 3) y la curva DTG presenta un pico centrado a 841 °C, con un pico de menor intensidad a temperaturas ligeramente menores (742 °C). Esa pérdida equivaldría en carbonato cálcico a un 63.95 %.

A partir de los datos termogravimétricos se puede calcular el porcentaje de CaO que forma parte de las distintas fases en el cemento carbonatado. Para ello (ver Tabla 4) se calcula el porcentaje de CaO en forma de Ca(OH)<sub>2</sub> (CaO<sup>CH</sup>), en forma de CaCO<sub>3</sub> (CaO<sup>Cc</sup>) y el que está combinado en otras fases, tales como silicatos y aluminatos cálcicos hidratados (CaO<sup>of</sup>). Este último óxido de calcio combinado se determina a partir de la diferencia entre la base calcinada y la suma de CaO<sup>CH</sup> y CaO<sup>Cc</sup> y del resto de óxidos (Ox<sup>rest</sup>), teniendo en cuenta que el cemento de partida tiene un contenido de CaO en base calcinada de 66.95% (este valor se obtiene a partir de la base calcinada de CEM I, 97.98%, y del contenido de CaO

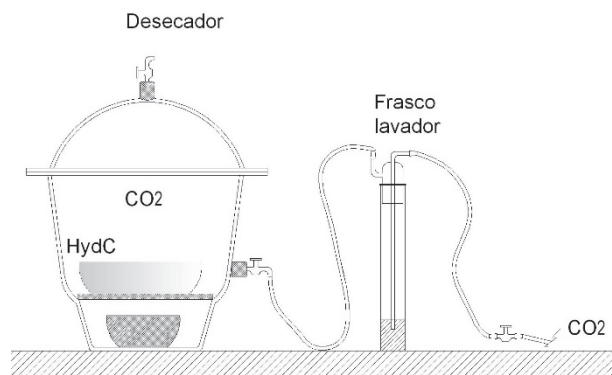


Figura 1. Proceso de carbonatación en seco (HCC Dry). Fuente: Los autores.

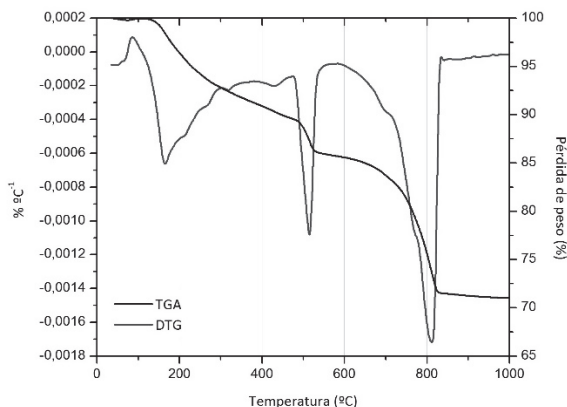


Figura 2. Curvas TGA y DTG del material de partida cemento hidratado (HydC). Fuente: Los autores.

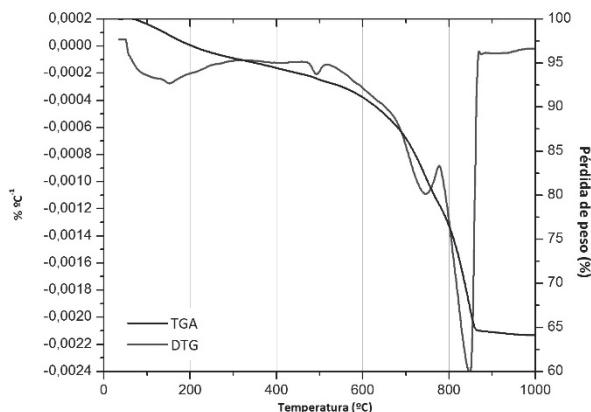


Figura 3. Curvas TGA/DTG para HCC Dry. Fuente: Los autores.

Tabla 3. Resumen de los datos termogravimétricos para HydC, HCC Dry y HCC Wet-Cold.

Material	HydC	HCC Dry	HCC Wet-Cold
Pérdida total (TG)	28.72	35.26	35.43
100-300 °C	10.02	7.00	8.61
450-550 °C	4.18	0.11	0.00
700-850 °C	14.53	28.14	26.82
Ca(OH) <sub>2</sub>	17.21	0.44	0.00
CaCO <sub>3</sub>	33.04	63.95	60.95

Fuente: Los autores.

del 65.60% según Tabla 1). Para los cálculos sobre los materiales antes y después de la carbonatación se parte de la base calcinada, esto es teniendo en cuenta la pérdida total según el termograma (ver Tabla 3). Se calcula también el porcentaje de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  transformado en carbonato ( $\text{CaO}^{\text{CH-tr}}$ ) y el porcentaje de  $\text{CaO}$  en otras fases transformado en carbonato ( $\text{CaO}^{\text{of-tr}}$ ). Se puede observar que en el caso de HCC Dry la carbonatación ha supuesto una disminución desde el 18.24% de  $\text{CaO}^{\text{CH}}$  hasta el 0.53%, lo que supone una reducción del 17.71%, o lo que es lo mismo, la carbonatación ha supuesto una transformación del 95.52% de la portlandita.

Además, la carbonatación ha supuesto un incremento muy importante de los carbonatos, de modo que se ha producido un aumento de  $\text{CaO}^{\text{C}}$  desde el 25.95% al 55.31%, en parte debido a la carbonatación de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Pero una parte importante de los carbonatos generados provienen de la transformación de los silicatos y aluminatos cálcicos hidratados [31]. En este caso, se ha producido un 11.66% de carbonato (en base  $\text{CaO}$ ) por esta transformación, lo que supone que se ha descompuesto el 51.20% del  $\text{CaO}$  proveniente de los C-S-H/C-A-H para generar carbonato de calcio y geles de sílice y alúmina.

### 3.2. Carbonatación en húmedo y en frío

El proceso de carbonatación anterior es muy lento, por lo que se ha buscado un método alternativo más rápido y con similar eficiencia; para ello, se consideró que el proceso por vía húmeda podría ser más rápido. De esa forma, se diseñó un proceso de carbonatación de HydC, donde se mezcló 2,5 L de agua potable con 200 g de HydC y se agita continuamente, mientras que se burbujea  $\text{CO}_2$  en la suspensión. A la mezcla se le adiciona unas gotas del indicador ácido-base fenolftaleína para poder detectar el final del proceso de carbonatación con el cambio de color de la fenolftaleína: cuando se produzca un grado de neutralización importante que genere un pH por debajo de 9 unidades, el cambio de color desde rojo a incoloro indicará el final del proceso. Además, el matraz con la suspensión (agua+HydC), se rodea de hielo manteniendo una temperatura de  $5 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ , de modo que se solubilice la mayor cantidad de  $\text{CO}_2$  en agua. De esta manera se burbujea  $\text{CO}_2$  a la suspensión durante 3 horas hasta observar el cambio de color en la mezcla por medio del indicador. En la Fig. 4 se observa el esquema del proceso de carbonatación en frío y húmedo (HCC Wet-Cold).

El nuevo material se deja decantar por 24 h, se seca en la estufa a una temperatura entre  $100 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  por 24 h y se muele hasta tamaño adecuado (ver Sección 3.3). En la Fig. 5 se

representa la curva TGA/DTG de la muestra obtenida en este proceso y en la Tabla 3 se recogen los datos de pérdidas de masa asociadas. Se puede distinguir una primera pérdida en el rango de temperatura entre  $100\text{-}300 \text{ }^\circ\text{C}$  que muestra el agua asociada a los hidratos del cemento hidratado presentes, así como los grupos hidroxilos residuales de los productos amorfos formados (geles de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). En este caso, no se detecta en la curva DTG ningún pico asociado a la descomposición de la portlandita entre  $450\text{-}550 \text{ }^\circ\text{C}$  lo que demuestra su completa carbonatación. Por último, en el intervalo  $700\text{-}850 \text{ }^\circ\text{C}$  de la curva DTG se muestra la descomposición de los carbonatos (pico en la curva DTG a  $830 \text{ }^\circ\text{C}$ ). La pérdida de masa es de 26.82 %, que corresponde estequiométricamente a un contenido en carbonato cálcico del 60.95 %, valor muy parecido al obtenido en la carbonatación en seco (Ver Tabla 3).

Para esta carbonatación, se ha observado (ver Tabla 4) que  $\text{CaO}$  de otras fases ( $\text{CaO}^{\text{of}}$ ) se ha reducido de 22.77 a 14.04%, una reducción ligeramente menor que la observada para la carbonatación en seco. Esta reducción supone el 8.68% de  $\text{CaO}$  de C-S-H/C-A-H que ha sido transformado, es decir, solamente 38.12% (frente a 51.20% para el método en seco). Por tanto, podemos afirmar que el método en húmedo es más efectivo en la carbonatación de la portlandita, pero menos efectivo en la carbonatación de C-S-H/C-A-H, y por ello menos efectivo en la formación de geles de alúmina y sílice, que son los de mayor interés para la activación alcalina.

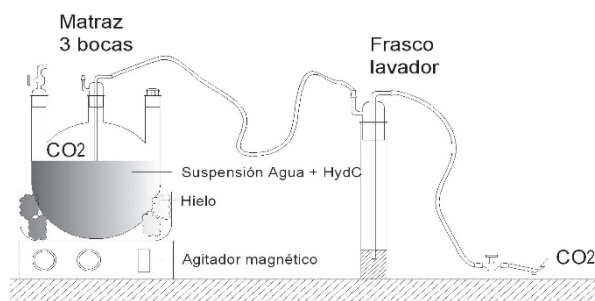


Figura 4. Proceso de carbonatación en húmedo y frío (HCC Wet-Cold). Fuente: Los autores.

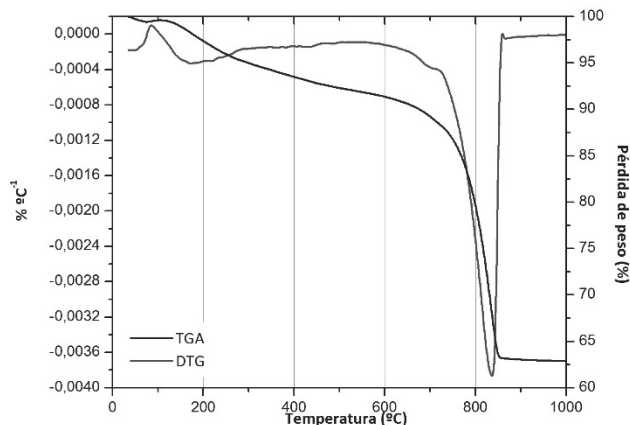


Figura 5. Curvas TGA/DTG para HCC Wet-Cold. Fuente: Los autores.

Tabla 4.

Porcentaje en base calcinada de las distintas formas de  $\text{CaO}$  ( $\text{CaO}^{\text{CH}}$ ,  $\text{CaO}^{\text{C}}$ ,  $\text{CaO}^{\text{of}}$ ) y del resto de óxidos ( $\text{Ox}^{\text{rest}}$ ) en HydC, HCC Dry y HCC Wet-Cold, y porcentaje de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  y otras fases cálcicas transformadas en carbonato durante la carbonatación ( $\text{CaO}^{\text{CH-tr}}$  y  $\text{CaO}^{\text{of-tr}}$ ).

Material	HydC	HCC Dry	HCC Wet-Cold
$\text{CaO}^{\text{CH}}$	18.24	0.53	0.00
$\text{CaO}^{\text{C}}$	25.95	55.31	52.86
$\text{CaO}^{\text{of}}$	22.77	11.11	14.04
$\text{Ox}^{\text{rest}}$	33.05	33.05	33.05
$(\text{CaO}^{\text{CH-tr}})$	---	17.71	100
$(\text{CaO}^{\text{of-tr}})$	---	11.66	8.68

Fuente: Los autores.

### 3.3. Caracterización físico - química de las muestras de HCC Dry y HCC Wet-Cold.

La composición química de las muestras de HCC Dry y HCC Wet-Cold se determinó por un análisis de fluorescencia de rayos X (XRF). Como se muestra en la Tabla 1, se puede observar que ambos materiales presentan un elevado contenido en CaO. Además, se aprecia un porcentaje considerable de  $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ , superior al 17 %. El valor de la pérdida al fuego (P.F.) para ambos casos es cercana a un 36 %, valor lógico, teniendo en cuenta el elevado contenido en carbonatos de ambas muestras.

El espectro de difracción de rayos X de ambas muestras se presenta en la Fig. 6. El compuesto mineralógico mayoritario en ambos materiales es la calcita ( $\text{CaCO}_3$ , PDFcard050586) y debido a las elevadas cantidades de material cristalino, no es posible distinguir una desviación de la línea base entre 15-30 grados  $2\theta$ . Por ello la presencia de sustancias amorfas relacionadas con la sílice y la alúmina no puede ser detectada. Además, para ambos materiales se observa la presencia de trazas de un carbo-silicato cálcico, la fukalita ( $\text{Ca}_4\text{Si}_2\text{O}_6(\text{CO}_3)(\text{OH})_2$ , PDFcard 290308) y de cuarzo ( $\text{SiO}_2$ , PDFcard 331161). En el caso del HCC Dry se aprecian trazas de portlandita ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , PDFcard 040733), lo que corrobora los resultados obtenidos por TGA. Es importante destacar que no se aprecia, en ninguna de las dos muestras, compuestos hidratados del cemento de origen como la etringita.

Los materiales HCC Dry y HCC Wet-Cold se molieron en un molino de bolas planetario durante 10 minutos y se midió su granulometría por análisis de difracción láser; el HydC tiene un diámetro medio de 38  $\mu\text{m}$ . El diámetro medio del HCC Dry es de 22  $\mu\text{m}$  y del HCC Wet-Cold es de 9  $\mu\text{m}$ . Como podemos observar existe una diferencia importante entre ambos materiales carbonatados. A pesar de haber estado molidos de la misma manera, HCC Wet-Cold es más fino, lo cual puede ser atribuido a que dicho material se produjo bajo agitación constante en suspensión acuosa. De esta forma, las partículas generadas, tanto de carbonatos como de gel de sílice y alúmina, son más pequeñas.

En la Fig. 7, se observan las micrografías SEM de ambos materiales. Se detectan partículas irregulares y de textura rugosa; además se observa que en general los agregados obtenidos en la carbonatación en seco presentan un tamaño mayor que los obtenidos en el proceso en frío y húmedo.

### 3.4. Pasta activadas alcalinamente

Las mezclas activadas alcalinamente de HCC Dry y HCC Wet-Cold, se curaron en baño de 65 °C y se analizaron a 3 y 7 días. En la Tabla 2 se muestran sus dosificaciones y las condiciones de activación del sistema geopolimérico.

#### 3.4.1. Estudios de difracción de rayos X (DRX)

En la Fig. 8 se muestran los difractogramas de rayos X de la pasta 7/1.56/0.50 de HCC Dry a 3 y 7 días curadas en baño a 65 °C. Se detectan los compuestos presentes en el material carbonatado de partida, siendo el componente principal la calcita ( $\text{CaCO}_3$ , PDFcard050586). También se detecta la

fukalita ( $\text{Ca}_4\text{Si}_2\text{O}_6(\text{CO}_3)(\text{OH})_2$ , PDFcard290308).

Por otra parte se han observado trazas de vaterita ( $\text{CaCO}_3$ , PDFcard040030), y también de hidrotalcita ( $\text{Mg}_6\text{Al}_2\text{CO}_3(\text{OH})_{16}$ , PDFcard140191), que probablemente se hayan generado debido al ambiente alcalino de la activación. Además, en la pasta a 7 días se detecta trazas de un silicato cálcico hidratado tipo girolita ( $\text{Ca}_8\text{Si}_{12}\text{O}_{30}(\text{OH})_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , PDFcard120217).

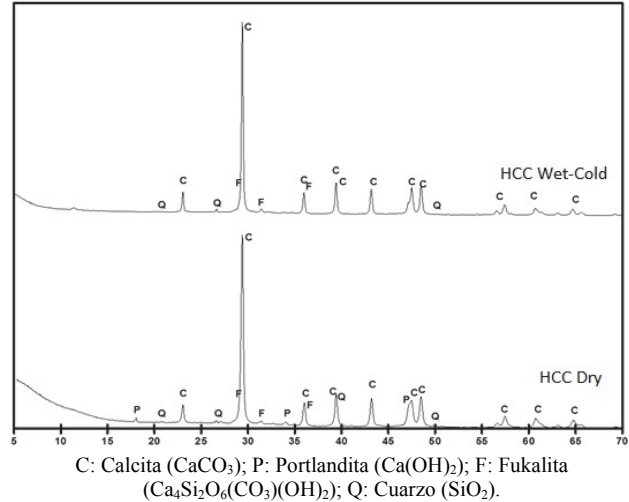


Figura 6. Difractogramas de rayos X para HCC Dry y HCC Wet-Cold. Fuente: Los autores.

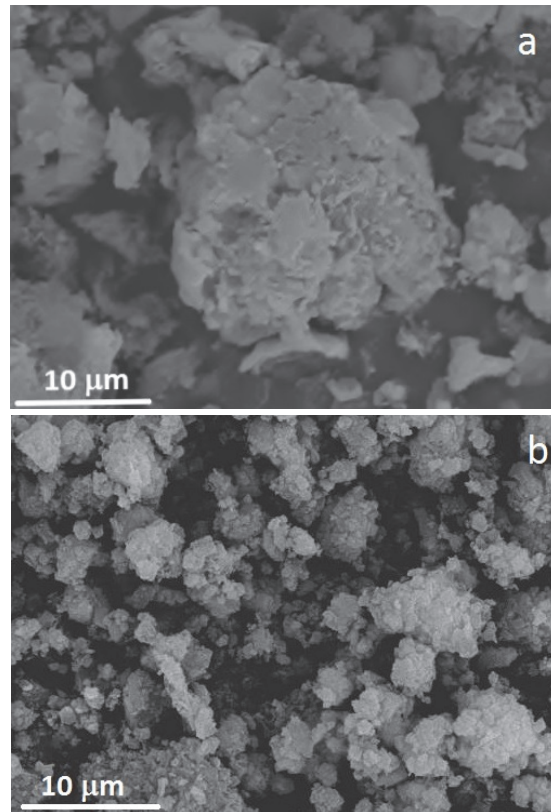
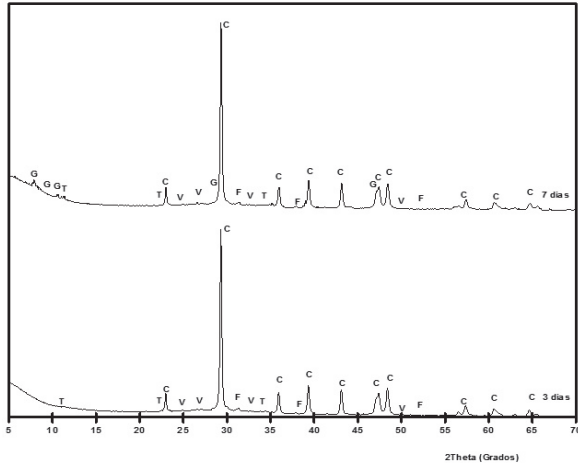


Figura 7. Micrografías SEM de los materiales carbonatados: a) HCC Dry y b) HCC Wet-Cold. Fuente: Los autores.



G: Girolita ( $\text{Ca}_8\text{Si}_{12}\text{O}_{30}(\text{OH})_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), T: Hidrotalcita ( $\text{Mg}_6\text{Al}_2\text{CO}_3(\text{OH})_{16}$ ), C: Calcita ( $\text{CaCO}_3$ ), V: Vaterita ( $\text{CaCO}_3$ ), F: Fukalita ( $\text{Ca}_4\text{Si}_2\text{O}_6(\text{CO}_3)(\text{OH})_2$ )

Figura 8. Difractogramas de rayos X para las pastas con HCC Dry, con dosificación 7/1.56/0.50, curadas en baño 65 °C a edades de 3 y 7 días.  
Fuente: Los autores.

La pasta de HCC Dry 9/1.22/0.50, presenta difractogramas de rayos X muy similares a los anteriores, aunque la presencia de girolita en la pasta curada a 7 días es más difícil de detectar, ya que los picos son menos intensos que en el caso anterior. Respecto a las pastas con HCC Wet-Cold, se muestra en la Fig. 9, a modo de ejemplo, el difractograma de la pasta 9/1.22/0.45 a 7 días a 65 °C: donde se observan, igualmente, como compuesto mayoritario, la calcita con trazas de fukalita, hidrotalcita y vaterita. Además se observan en el espectro trazas de un carbonato sódico, la natrita ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) (PDFcard 370451), y compuestos de tipo zeolítico como la natrolita ( $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{10} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ; PDFcard200759), que son productos de la evolución de los geles N-A-S-H formados durante la activación alcalina.

### 3.4.2. Estudios termogravimétricos

En la Fig. 10 se muestra las curvas TGA/DTG de una mezcla de HCC Dry activada alcalinamente con una relación  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  de 1.22 y relación a/b de 0.45, curada a 7 días en baño de 65 °C. Se observan dos zonas de descomposición:

- Entre 35 y 300 °C: Pérdidas de peso a temperaturas inferiores a 90 °C están asociadas al agua libre o evaporable presente en la muestra (proceso de secado). Por su parte, las pérdidas de peso comprendidas entre 90 y 200 °C son atribuidas al agua químicamente combinada en los geles de N-A-S-H y C-A-S-H [32]. Dichos geles se han formado por reacción entre los geles de sílice y alúmina y el sodio y calcio presentes en el medio.
- Entre 400 y 800 °C: Esta segunda zona está relacionada con la descomposición de los carbonatos. Debe destacarse que ahora el pico que aparece a 830 °C en el HCC Dry en la curva DTG se ha movido a temperaturas más bajas. A menor temperatura, se descomponen los carboaluminatos (fukalita) y carboaluminatos (hidrotalcita), mientras que a temperaturas mayores se descomponen los carbonatos cálcicos (calcita y vaterita) [33]. Ahora, la activación alcalina ha producido una reducción en la

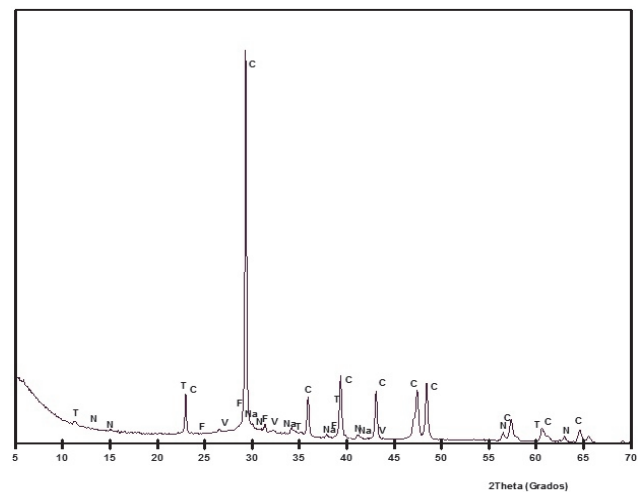
temperatura de descomposición de la calcita, con respecto a la muestra HydC: se puede observar que los picos DTG en la Fig. 10 que aparecen por debajo de 800 °C, mientras que para HydC ese pico se encontraba a 830 °C.

Además, se ha cuantificado en las curvas TGA las pérdidas de peso para cada uno de los sistemas evaluados, obteniéndose datos de pérdida total (35-1000 °C), pérdida de masa debida a productos de activación alcalina tipo C-A-S-H y N-A-S-H (entre 35-300 °C) y la pérdida de peso debida a la presencia de carbonatos (entre 400-800 °C). En la Tabla 5 se listan estos datos. Además, en la Fig. 11 se representan las curvas DTG de todas las pastas analizadas a 7 días de curado.

La activación alcalina con mayor concentración de  $\text{Na}^+$  produce un mayor número de hidratos, tal y como demuestran las pérdidas en el intervalo 35-300 °C: para HCC Dry activado con 7 molal de  $\text{Na}^+$ , las pérdidas están en el intervalo 4.68-4.74 % mientras que para las muestras activadas con 9 molal se incrementó la pérdida a 5.54-6.05%. Lo mismo se puede observar para HCC Wet-Cold, que se pasa de 6.36-3.48 % para 7 molal a 8.02-8.43 % para 9 molal.

A la vista de los datos obtenidos se puede concluir que en los procesos de activación alcalina ha habido una reacción de los carbonatos presentes en la muestra original con la disolución alcalina, formando probablemente carboaluminatos y carboaluminatos [33-34]. Las pérdidas asociadas en el intervalo entre 400-800 °C, son similares para ambos precursores, ligeramente mayores para HCC Dry, debido a que el material de partida tenía una mayor cantidad de carbonatos.

La forma de las curvas DTG asociadas a carbonatos es distinta, dependiendo del material carbonatado como se puede observar en las curvas DTG de la Fig. 11. Así, para las muestras con HCC Dry, la pérdida en el intervalo 400-600 °C es mayor que la encontrada para HCC Wet-Cold. Probablemente este hecho puede ser debido a la distinta finura del material de partida.



T: Hidrotalcita ( $\text{Mg}_6\text{Al}_2\text{CO}_3(\text{OH})_{16}$ ), N: Natrita ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), C: Calcita ( $\text{CaCO}_3$ ), V: Vaterita ( $\text{CaCO}_3$ ), F: Fukalita ( $\text{Ca}_4\text{Si}_2\text{O}_6(\text{CO}_3)(\text{OH})_2$ ), P: Natrolita ( $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{10} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).

Figura 9. Difractograma de rayos X para la pasta con HCC Wet-Cold, con dosificación 9/1.22/0.45, curada 7 días en baño 65 °C.  
Fuente: Los autores.

3.4.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

En la Fig. 12 se muestran las micrografías SEM para las pastas de HCC Dry y de HCC Wet-Cold, con una dosificación 9/1.22/0.45 y curadas a 65 °C durante 7 días. Se identifica una gran cantidad de gel, que se atribuye a los compuestos N-A-S-H y C-A-S-H. Este gel presenta una forma poco regular (Fig. 12a) para el HCC Dry, mientras que en el caso de HCC Wet-Cold presenta una cierta estructura fibrosa (Fig. 12b), lo cual se puede atribuir a la presencia de zeolitas, que podrían ser producto de la evolución de los geles N-A-S-H: recordemos que fue detectada natrolita por difracción de rayos X.

3.4.4. Resistencia a compresión

Se prepararon morteros de activación alcalina mezclando el precursor, HCC Dry o HCC Wet-Cold, con la solución alcalina y arena fina de módulo de finura 3.05. A continuación las probetas se curaron cámara húmeda a 20 °C de temperatura y HR superior al 95 %, a edades de 7 y 28 días (sólo para HCC Dry) y también se curaron en baño a 65 °C con una HR de un 95 %, por 3 y 7 días.

Las dosificaciones analizadas para morteros con HCC Dry curados a 20 °C corresponden a las concentraciones de Na<sup>+</sup> 7 y 9 mol/kg y las relaciones SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O de 1.22 y 1.56. De acuerdo con lo observado en la Tabla 6, se aprecia un aumento de su resistencia a compresión, para las distintas

dosificaciones, a medida que se incrementa el tiempo de curado, no observándose diferencias significativas con el aumento de sodio en la dosificación, para una misma relación a/b. Si parece que influya la relación a/b, encontrando que el aumento desde 0.45 a 0.50 supone una ligera reducción en el valor de la resistencia a compresión.

En la Tabla 6 se detallan los valores de las resistencias mecánicas a compresión para 3 y 7 días de morteros con HCC Dry curados a 65 °C. Se puede observar que la mayor resistencia se obtiene con la dosificación 9/1.22/0.45, alcanzando los 20.18 MPa a los 7 días. Los otros morteros presentan resistencias en el intervalo 14 - 16 MPa. Debe destacarse que no existe una evolución importante al incrementar el curado de 3 a 7 días. Aparentemente, la reacción de geopolimerización se ha desarrollado en los tres primeros días a la temperatura de 65 °C.

También en la Tabla 6 se relacionan las resistencias a compresión correspondientes a las activaciones alcalinas de HCC Wet-Cold (9 mol/kg de Na<sup>+</sup> y SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O=1.22). En este caso, también se produce un ligero descenso de la resistencia mecánica con el incremento de la relación a/b para 3 días, pero a 7 días el mortero con relación a/b de 0.50 presenta una mayor resistencia (19.04 MPa) que para la relación 0.45 (16.74 MPa). Los valores de resistencia a 3 días

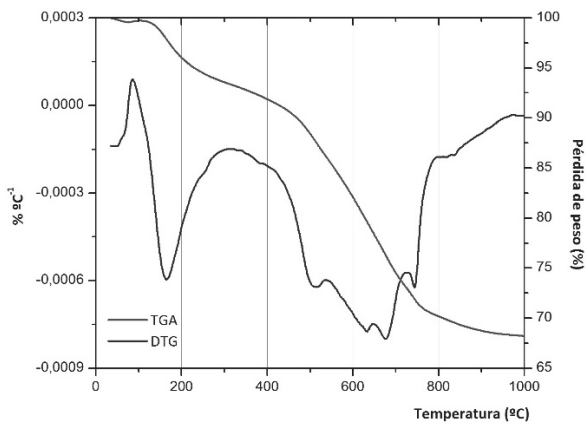


Figura 10. Curvas DTG/TGA correspondientes a la pasta 9/1.22/0.45 con HCC Dry curada durante 7 días a 65 °C. Fuente: Los autores.

Tabla 5. Sistemas geopoliméricos con HCC Dry y HCC Wet-Cold: datos termogravimétricos de las pastas.

Mezcla	HCC	Total	Pérdida de peso	
			35-300 °C	400-800 °C
7/1.56/0.45	Dry	30.79	4.74	23.91
	Wet-cold	29.73	6.36	21.22
7/1.56/0.50	Dry	29.62	4.68	22.38
	Wet-cold	29.47	6.48	20.23
9/1.22/0.45	Dry	31.78	6.05	21.71
	Wet-cold	31.81	8.43	19.06
9/1.22/0.50	Dry	30.76	5.54	21.80
	Wet-cold	30.39	8.02	19.92

Fuente: Los autores.

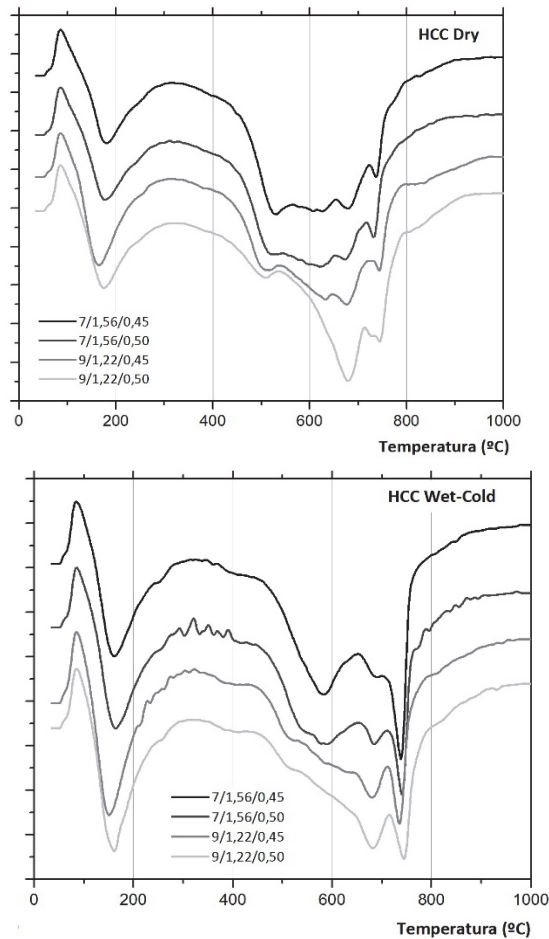


Figura 11. Curvas DTG de las pastas geopoliméricas con HCC Dry y con HCC Wet-Cold, para las distintas dosificaciones a 7 días. Fuente: Los autores.



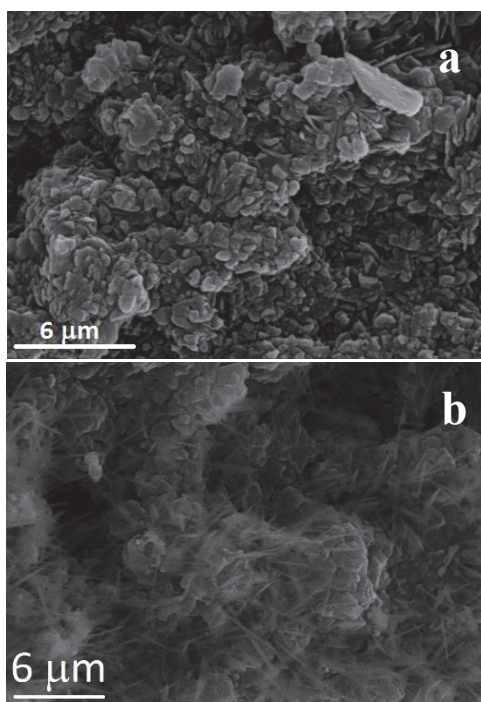


Figura 12. Micrografías SEM de las pastas geopoliméricas curadas 7 días a 65 °C: a) HCC Dry y b) HCC Wet-Cold. Fuente: Los autores.

Tabla 6. Resistencias a compresión de morteros HCC Dry y HCC Wet-Cold, curados en cámara húmeda y en baño térmico.

Cámara húmeda, R <sub>c</sub> (MPa)				
	a/b	Material	7 días	28 días
7/1.56	0.45	HCC Dry	10.05 ± 0.28	13.35 ± 0.44
	0.50		9.07 ± 0.15	11.52 ± 0.26
9/1.22	0.45		9.47 ± 0.25	13.94 ± 0.29
	0.50		7.76 ± 0.33	10.60 ± 0.23
Baño térmico, R <sub>c</sub> (MPa)				
	a/b	Material	3 días	7 días
7/1.56	0.45	HCC Dry	16.38 ± 0.78	15.96 ± 0.79
	0.50		15.93 ± 0.39	14.23 ± 0.45
9/1.22	0.45	HCC Dry	19.52 ± 0.94	20.18 ± 1.02
	0.50	HCC Wet-Cold	15.85 ± 0.96	16.74 ± 0.66
		HCC Dry	16.33 ± 0.65	16.16 ± 1.04
		HCC Wet-Cold	13.25 ± 0.88	19.04 ± 0.94

Fuente: Los autores.

para HCC Wet-Cold son ligeramente inferiores a los encontrados para HCC Dry: Ello puede atribuirse a que el precursor HCC Wet-Cold está inicialmente menos carbonatado, de modo que contendrá una menor cantidad de sílice y alúmina amorfas.

#### 4. Conclusiones

El material de partida, cemento hidratado (HydC) fue carbonatado bajo distintas condiciones con el fin de buscar un tiempo óptimo de carbonatación y unas características químicas que hagan del material resultante un buen precursor para activación alcalina. El método en seco (HCC Dry) suponía un tiempo muy largo de obtención, mientras que por

la vía húmeda (HCC Wet-Cold) el proceso se redujo en tiempo de forma drástica. Ambos materiales carbonatados pudieron ser activados por medio de una disolución de NaOH y silicato sódico, generando geles cementantes. Las prestaciones mecánicas obtenidas fueron significativas (entre 10 y 20 MPa, dependiendo de las condiciones de curado y de la dosificación). Las matrices geopoliméricas obtenidas fueron caracterizadas microestructuralmente, destacando la formación de nuevas fases conglomerantes y la alteración en las temperaturas de descomposición de los carbonatos presentes con respecto a los materiales carbonatados de partida. Los resultados obtenidos demuestran que es viable la reutilización de fases de cemento hidratadas en sistemas de activación alcalina, por medio de la carbonatación previa.

#### Agradecimientos

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación español por apoyar este estudio a través del Proyecto BIA2011-26947 y financiación FEDER. También agradecen a la Universidad de Magallanes, por apoyar esta investigación a través de la estancia de investigación concedida a Yasna Segura.

#### Bibliografía

- [1] Ahmari, S., Ren, X., Toufigh, V. and Zhang, L., Production of geopolymeric binder from blended waste concrete powder and fly ash. *Construction and Building Materials*, 35, pp. 718-729, 2012. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.044>
- [2] Hoenig, V., Hoppe, H. and Emberger, B., Carbon capture technology-options and potentials for the cement industry. *PCA R&D Serial N° 3022*, 98 P., 2007.
- [3] Del Río, M., Izquierdo, P., Salto, I. y Santa Cruz, J., La regulación jurídica de los residuos de construcción demolición (RCD) en España. El caso de la Comunidad de Madrid. *Informes de la Construcción*, 62(517), pp. 81-86, 2010. DOI: 10.3989/ic.08.059
- [4] Morán-del Pozo, J.M., Valdés, A., Aguado, P.J., Guerra, M.I. y Medina, C., Estado actual de la gestión de residuos de construcción y demolición: Limitaciones. *Informes de la Construcción*, 63(521), pp. 89-95, 2011. DOI: 10.3989/ic.09.038
- [5] Lampris, C., Lupo, R. and Cheeseman, C.R., Geopolymerisation of silt generated from construction and demolition waste washing plants. *Waste Management*, 29(1), pp. 368-373, 2009. DOI: 10.1016/j.wasman.2008.04.007
- [6] Torres, N., Izquierdo, S., Torres, J. and Mejía-de Gutiérrez, R., Resistance of blended concrete containing an industrial petrochemical residue to chloride ion penetration and carbonation. *Ingeniería e Investigación*, 34(1), pp.11-16, 2014. DOI: 10.15446/ing.investig.v34n1.38730
- [7] Torres, N. and Torres, J., Using spent fluid catalytic cracking (FCC) catalyst as pozzolanic addition - a review. *Ingeniería e Investigación*, 30(2), pp. 35-42, 2010.
- [8] Khale, D. and Chaudhary, R., Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: A review. *Journal of Materials Science*, 42(3), pp. 729-746, 2007. DOI: 10.1007/s10853-006-0401-4
- [9] Zhang, Z., Provis, J.L., Reid, H. and Wang, A., Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction. *Construction and Building Materials*, 56, pp. 113-127, 2014. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2014.01.081
- [10] Duxson, P., Provis, J., Lukey, G.C. and van Deventer, J., The role of inorganic polymer technology in the development of "green concrete". *Cement and Concrete Research*, 37(12) pp. 1590-1597, 2007. DOI: 10.1016/j.cemconres.2007.08.018
- [11] Tailby, J. and MacKenzie, K., Structure and mechanical properties of aluminosilicate geopolymer composites with Portland cement and its

- constituent minerals. *Cement and Concrete Research*, 40(5), pp. 787-794, 2010. DOI: 10.1016/j.cemconres.2009.12.003
- [12] Duxson, P., Fernández-Palomo, A., Provis, J.L., Lukey, G.C., Palomo, A. and van Deventer, J., Geopolymer technology: The current state of the art. *Journal of Materials Science*, 42(9), pp. 2917-2933, 2006. DOI: 10.1007/s10853-006-0637-z
- [13] Puertas, F. and Torres-Carrasco, M., Use of glass waste as an activator in the preparation of alkali-activated slag. *Mechanical strength and paste characterisation*. *Cement and Concrete Research*, 57, pp. 95-104, 2014. DOI: 10.1016/j.cemconres.2013.12.005
- [14] Kovalchuk, G., Fernández-Jiménez, A. and Palomo, A., Alkali-activated fly ash: Effect of thermal curing conditions on mechanical and microstructural development - Part II. *Fuel*, 86(3), pp. 315-322, 2007. DOI: 10.1016/j.fuel.2006.07.010
- [15] Molina, D., Arcila, J. and Gutiérrez, R., Mechanical and thermal performance of a geopolymeric and hybrid material based on fly ash. *DYNA*, 83(195), pp. 216-223, 2016. DOI: 10.15446/dyna.v83n195.50824
- [16] Tashima, M., Akasaki, J., Castaldelli, V.N., Soriano, L., Monzó, J., Payá, J. and Borrachero, M.V., New geopolymeric binder based on fluid catalytic cracking catalyst residue (FCC). *Materials Letters*, 80, pp.50-52, 2012. DOI: 10.1016/j.matlet.2012.04.051
- [17] Tashima, M., Akasaki, J., Melges, J., Soriano, L., Monzó, J., Payá, J. and Borrachero, M.V., Alkali activated materials based on fluid catalytic cracking catalyst residue (FCC): Influence of SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O and H<sub>2</sub>O/FCC ratio on mechanical strength and microstructure. *Fuel*, 108, pp. 833-839, 2013. DOI: 10.1016/j.fuel.2013.02.052
- [18] Reig, L., Tashima, M.M., Borrachero, M.V., Monzó, J., Cheeseman, C.R. and Payá, J., Properties and microstructure of alkali-activated red clay brick waste. *Construction and Building Materials*, 43, pp. 98-106, 2013. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2013.01.031
- [19] Reig, L., Tashima, M.M., Soriano, L., Borrachero, M.V., Monzó, J. and Payá, J., Alkaline activation of ceramic waste materials. *Waste and Biomass Valorization*, 4(4), pp. 729-736, 2013. DOI: 10.1007/s12649-013-9197-z
- [20] Tashima, M.M., Soriano, L., Borrachero, M.V., Monzó, J. and Payá, J., Effect of curing time on microstructure and mechanical strength development of alkali activated binders based on vitreous calcium aluminosilicate (VCAS). *Bulletin of Materials Science*, 36(2), pp. 245-249, 2013. DOI: 10.1007/s12034-013-0466-z
- [21] UNE-EN12620:2003+A1:2009., Áridos para hormigón, AENOR. 2009.
- [22] UNE-EN933-11:2009., Ensayos para determinar las propiedades geométricas de los áridos. Parte 11: Ensayo de clasificación de los componentes de los áridos gruesos reciclados, AENOR. 2009.
- [23] López-Gayarre, F., Serna, P., Domingo-Cabo, A., Serrano-López, M.A. and López-Colina, C., Influence of recycled aggregate quality and proportioning criteria on recycled concrete properties. *Waste management*, 29(12), pp. 3022-3028, 2009. DOI: 10.1016/j.wasman.2009.07.010
- [24] Ulloa, V., García-Monzó, J.M., Pelufo, M.J., Domingo, A. and Serna, P., New views on effect of recycled aggregates on concrete compressive strength. *Materials Journal*, 110(6), pp.687-696, 2013.
- [25] Secretaria General Técnica. EHE - 08 Instrucción de hormigón estructural, 2011.
- [26] Gastaldi, D., Canonico, F., Capelli, L., Buzzi, L., Boccaleri, E. and Irico, S., An investigation on the recycling of hydrated cement from concrete demolition waste. *Cement and Concrete Composites*, 61, pp. 29-35, 2015. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2015.04.010
- [27] Shui, Z., Xuan, D., Wan, H. and Cao, B., Rehydration reactivity of recycled mortar from concrete waste experienced to thermal treatment. *Construction and Building Materials*, 22(8), pp. 1723-1729, 2008. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2007.05.012
- [28] UNE-EN197-1:2011., Cemento. Parte 1: Composición, especiaciones y criterios de conformidad de los cementos comunes. AENOR. 2011.
- [29] Payá, J., Borrachero, M.V., Monzó, J., Soriano, L. and Tashima, M.M., A new geopolymeric binder from hydrated-carbonated cement. *Materials Letters*, 74, pp. 223-225, 2012. DOI: 10.1016/j.matlet.2012.01.132
- [30] Basheer, P.A.M., Rankin, G.I.B., Long, A.E. and Russell, D., Effect of relative humidity and air permeability on prediction of the rate of carbonation of concrete. *Proceedings of the ICE - Structures and Buildings*, 146(3), pp. 319-326, 2001. DOI: 10.1680/stbu.2001.146.3.319
- [31] Liu, J., Xu, D., Xiong, L., Hills, C., Carey, P. and Gardner, K., Comparison of properties of traditional and accelerated carbonated solidified/stabilized contaminated soils. *Journal of Environmental Sciences*, 20(5), pp. 593-598, 2008. DOI: 10.1016/S1001-0742(08)62099-9
- [32] Rodríguez-Martínez, E., Efecto de incorporación de materiales basados en sílice sobre las propiedades de matrices de cemento Pórtland y activadas alcalinamente, Tesis Dr., Universitat Politècnica de Valencia, Valencia, España, 2012, 452 P. DOI: 10.4995/Thesis/10251/17400
- [33] Rodríguez, E., Bernal, S., Provis, J., Payá, J., Monzó, J. and Borrachero, M.V., Structure of portland cement pastes blended with sonicated silica fume. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 24(10), pp. 1295-1304, 2012. DOI: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000502
- [34] Ismail, I., Bernal, S., Provis, J., Hamdan, S. and van Deventer, J., Drying - induced changes in the structure of alkali - activated pastes. *Journal of Materials Science*, 48(9), pp. 3566-3577, 2013. DOI: 10.1007/s10853-013-7152-9

**Y.P. Segura-Sierpe**, es MSc. de una Universitat Politècnica de València, España y profesora del Dpto. de Ingeniería en Construcción de la Universidad de Magallanes, Chile. Sus intereses de investigación incluyen la valoración de los residuos de construcción y morteros geopoliméricos. ORCID: 0000-0001-6394-5392

**M.V. Borrachero-Rosado**, es Dra. de la Universidad de Murcia, España y profesora del Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón de la Universitat Politècnica de València, Valencia, España. Sus intereses de investigación incluyen subproductos industriales utilizados como reemplazo de cemento Pórtland. ORCID: 0000-0002-7873-0658

**J.M. Monzó-Balbuena**, es Dr. de la Universitat de València, Valencia, España y profesor de química de los materiales de construcción en el Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón en la Universitat Politècnica de València, España. Sus intereses de investigación incluyen química analítica, materiales de construcción, el reciclaje y los materiales de construcción no convencionales para los países en desarrollo. ORCID: 0000-0002-3657-3076

**J. Payá-Bernabeu**, es Dr. de la Universitat de València, España y profesor de química de los materiales de construcción en el Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón en la Universitat Politècnica de València, España. Sus intereses de investigación incluyen el uso de subproductos industriales y residuos, hormigón geopolimérico y ensayos no destructivos aplicados a hormigón. ORCID: 0000-0001-7425-5311