



TESIS DOCTORAL

TÍTULO (en español) Efectos de la biomasa y los residuos de construcción y demolición en las propiedades del cemento, el mortero y el hormigón (*Effect of biomass and construction and demolition waste on the properties of cement, mortar and concrete*)

NOMBRE Y APELLIDOS DEL AUTOR/A

PAULA VELARDO DOMÍNGUEZ

PROGRAMA DE DOCTORADO

Desarrollo Territorial Sostenible

Conformidad del director/a y codirector/a en su caso (Deben constar nombres y apellidos)

César Medina Martínez Isabel Fuencisla Sáez del Bosque Nele Mietje de Belie

Esta tesis cuenta con la autorización del director/a y codirector/a de la misma y de la Comisión Académica del programa. Dichas autorizaciones constan en el Servicio de la Escuela Internacional de Doctorado de la Universidad de Extremadura.

AÑO DE LECTURA

2024

Dedicado a mi familia y amigos

«Un científico en su laboratorio no es solo un técnico: es también un niño colocado ante fenómenos naturales que le impresionan como un cuento de hadas»

Marie Curie

AGRADECIMIENTOS

La realización de la presente Tesis Doctoral ha sido posible gracias a la financiación recibida por parte de las siguientes instituciones:

- Ayudas para contratos predoctorales para la Formación de Profesorado Universitario del Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades de España, en la convocatoria 2017 (FPU17/06093)
- Ayudas de movilidad para estancias breves en otros centros españoles y extranjeros y para traslados temporales a centros extranjeros a beneficiarios del Subprograma de Formación del Profesorado Universitario; del Ministerio de Universidades de España, en la convocatoria 2019 (EST19/00967)
- La Tesis Doctoral es parte del proyecto de I+D+i PID2019-107238RB-C21, financiado por MCIN/ AEI/10.13039/501100011033
- La Tesis Doctoral es parte del proyecto de investigación IB20131 “*Diseño y desarrollo de nuevos hormigones autoprotectores y autoprotegidos. Aplicación e inclusión de nuevos reciclados de baja huella de carbono, protectores frente a la acción bacteriana y protegidos frente a la corrosión. Materiales de elevada salubridad para construcción*” cofinanciado por Fondo Europeo de Desarrollo Regional y la Consejería de Economía, Ciencia y Agenda Digital de la Junta de Extremadura
- Ayuda al grupo de investigación denominado *Materiales de construcción, ingeniería del terreno y ambiental*, de la Junta de Extremadura, Consejería de Economía, Ciencia y Agenda Digital (GR21143)

Asimismo, quiero expresar mi enorme agradecimiento a todas las personas que me han acompañado durante el camino de la elaboración de la Tesis Doctoral. Sin duda me han ayudado y apoyado en este recorrido de gran aprendizaje profesional y personal.

En primer lugar, me gustaría dar las gracias a mis Directores de Tesis: el Doctor César Medina Martínez, la Doctora Isabel Fuencisla Sáez del Bosque y la Doctora Nele De Belie. En virtud de su tiempo y su profesionalidad, ellos constituyen el cimiento sobre el que se sustenta este trabajo de investigación. Me alegra haber podido aprender de personas tan trabajadoras como César Medina e Isabel Fuencisla; quienes me han

brindado su continua disponibilidad. Del mismo modo, agradezco a Nele De Belie que me haya dado la oportunidad de disfrutar de una estancia de nueve meses en la preciosa ciudad de Gante (Bélgica), desarrollada en el laboratorio Magnel-Vandepitte (Ghent University). Ha sido una experiencia muy enriquecedora tenerles a los tres como referentes en el aporte al conocimiento científico a nivel nacional e internacional.

Paralelamente, me gustaría agradecer al personal técnico y de la secretaría del laboratorio Magnel-Vandepitte su servicio, eficacia y ayuda en la realización de ensayos y trámites, respectivamente. También, a todos los compañeros que me han acogido y guiado durante el traslado temporal, con los que he podido, además, compartir tiempo y experiencias tanto dentro como fuera de la Universidad.

Mi sincera gratitud, adicionalmente, hacia la Doctora María Isabel Sánchez de Rojas por su labor y su colaboración en el desarrollo de técnicas instrumentales realizadas en el Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja (CSIC). De igual forma, al personal técnico de laboratorio, Maite y Pascual, por su ayuda en el laboratorio a la hora de llevar a cabo ensayos químicos y físicos.

Extiendo mi agradecimiento, por supuesto, al personal técnico del laboratorio de Materiales de Construcción de la Escuela Politécnica (Universidad de Extremadura): Juan Carlos Cadenas y Carmen Pedrera, por prestarse a estar a mi disposición; así como a mis compañeros desde que comencé la Tesis Doctoral hasta el momento actual: Blas Cantero, Pablo Plaza, Natalia Valoni, Marta Barroso y Jorge Urbano; por todos los momentos que hemos compartido.

Finalmente, doy las gracias a mi familia y amigos por su comprensión y paciencia, especialmente, a mis padres por intentar hacerme los momentos duros más livianos.

Muchas gracias a todos.

RESUMEN

La intensa actividad del sector de la construcción en el ámbito de la edificación y la ingeniería civil en las últimas décadas ha contribuido, de forma directa e indirecta, a la actual problemática del cambio climático. La fabricación y el desarrollo de los materiales de construcción (hormigón, cemento, acero...) conlleva el uso elevado de recursos naturales procedentes de fuentes no renovables, así como un sustancial consumo de energía, elevadas emisiones de gases de efecto invernadero (CO₂, NO_x...) y la generación de residuos. Esta generación de residuos en el sector de la construcción, así como en otros sectores industriales, tales como la producción de energía eléctrica a partir de biomasa, suponen uno de los principales retos a los que se enfrentan las sociedades modernas. Todo ello ha supuesto que la industria cementera y del hormigón haya trazado líneas estratégicas de actuación para reducir la huella ambiental vinculada a la fabricación de los materiales de base cemento.

El volumen de residuos de construcción y demolición (RCD) representa, aproximadamente, un 37% del volumen de residuos sólidos generados anualmente, como consecuencia de la intensa actividad de la construcción existente, tanto en países desarrollados como en vías de desarrollo. Junto a este tipo de residuo, en la última década se han visto aumentados notablemente los residuos de cenizas de biomasa (BA), con motivo del mayor interés por la obtención de bioenergía a partir de la quema de desechos biológicos en la actualidad, como alternativa a las tradicionales fuentes de energía no renovable. Se estima que en torno a 476 millones de toneladas de cenizas de biomasa son generadas al año en todo el mundo. Paralelamente, las políticas que se están implementando a nivel mundial para mitigar la huella medioambiental vinculada a las actividades socio-económicas llevadas a cabo por el ser humano tienen como meta común elevar el porcentaje de residuos convertidos en nuevos materiales secundarios con valor, en el contexto de la economía circular y la sostenibilidad. Asimismo, pretenden disminuir la emisión de gases de efecto invernadero, en especial, a través del desarrollo de estrategias para reducir la emisión de CO₂ en, al menos, el 55% (*«fit for 55»*) para el año 2030.

En las últimas décadas, la comunidad científica ha evaluado la viabilidad de reutilizar los residuos de construcción y demolición, así como las cenizas de biomasa en la industria cementera y del hormigón. Reemplazar parcial o totalmente los áridos naturales en el

hormigón por áridos reciclados, o parte del clínker en el cemento por adiciones procedentes de subproductos industriales (RCD o BA) constituye una línea de trabajo prioritaria, que permite implementar el concepto de la economía circular en el sector de la construcción, así como una descarbonización del mismo. En la actualidad, el conocimiento científico-técnico de la incorporación de la fracción mixta de los residuos de construcción y demolición (RCDm) y/o las cenizas de biomasa de fondo (BBA) en el campo de los materiales de base cemento es aún escaso.

El objetivo de la presente Tesis Doctoral es evaluar la posibilidad de valorizar la fracción mixta de los residuos de construcción y demolición y/o las cenizas de biomasa de fondo como nuevas adiciones o esqueleto granular en la formulación de nuevos eco-cementos/eco-morteros y hormigones reciclados, con un menor contenido en clínker y árido grueso natural, respectivamente. Para lograr este propósito, esta Tesis Doctoral se ha dividido en dos líneas de trabajo: a) efecto de la optimización de los residuos de construcción y demolición mixtos en las propiedades de los nuevos hormigones reciclados; y b) efecto de los finos mixtos reciclados y las cenizas de biomasa de fondo en las propiedades de los nuevos eco-cementos y eco-morteros con un menor contenido en clínker.

La primera de estas líneas de investigación consistió en: i) evaluar la aplicación de un tratamiento superficial de optimización del árido reciclado mixto (ARM) a través de su inmersión en un polímero para la mejora de sus propiedades físicas y mecánicas; y ii) analizar el efecto de la sustitución del 100% del árido grueso natural por el ARM optimizado en las propiedades en estado fresco (consistencia, densidad y aire ocluido) y endurecido (resistencias a compresión y a tracción, resistividad eléctrica, velocidad de los pulsos ultrasónicos, permeabilidad al agua bajo presión, absorción total de agua, absorción capilar, resistencia a la penetración de cloruros, permeabilidad al aire, porosidad y microestructura) de los hormigones reciclados. La segunda línea de investigación abordada en la presente Tesis Doctoral consistió en analizar la viabilidad de incorporar un 5%, 10%, 15% y 20% de BBA o RCDm en el diseño de nuevos eco-cementos binarios, mediante la caracterización química, mineralógica y física de los residuos; y la caracterización física, mecánica y microestructural de las pastas y morteros fabricados.

Los resultados de la primera línea de investigación mostraron que el tratamiento de los ARM permitió la mejora de sus propiedades, disminuyendo los coeficientes de absorción

de agua y Los Ángeles a través de la creación de una película impermeable rodeando los áridos, reduciendo el ingreso de agua en la red capilar y densificando la microestructura del árido. Las condiciones óptimas fueron la inmersión de los ARM en una disolución al 20% de concentración durante 60 minutos, con posterior secado en estufa o al aire. Los resultados mostraron, igualmente, que el tratamiento de los ARM no tuvo efectos en la trabajabilidad, la densidad en estado fresco, el porcentaje de aire ocluido y las resistencias a compresión y tracción de los hormigones reciclados. En cambio, mejores prestaciones durables de los hormigones reciclados fabricados con los ARM tratados/optimizados fueron alcanzadas en el caso utilizar el método de secado al aire de los ARM, con la obtención de reducciones en la permeabilidad al agua, la sorptividad, la permeabilidad al oxígeno y la penetración de cloruros del 64%, el 17%, el 58% y el 28%, respectivamente, frente al hormigón reciclado fabricado con los ARM sin tratar/optimizar.

Respecto a los resultados de la segunda línea de investigación, cabe indicar que los nuevos cementos fabricados con BBA o RCDm cumplen los requisitos establecidos en la norma EN 197-1 para tiempo de inicio de fraguado, estabilidad de volumen y resistencia; sin presentar problemas de trabajabilidad. Los eco-morteros binarios fabricados con BBA alcanzaron mayor resistencia a compresión y menor porosidad a larga edad que el mortero de referencia y los eco-morteros binarios fabricados con RCDm. Adicionalmente, los eco-cementos binarios fabricados con un 15% y 20% de BBA cumplen los requisitos establecidos en la norma EN 197-1 para cementos CEM IV/A, lo que los hace aptos para su uso en construcción.

Por último, de los resultados finales de la presente investigación se concluye que los hormigones reciclados con el árido reciclado mixto (ARM) optimizado y los eco-cementos/eco-morteros binarios que incorporan las nuevas adiciones (RCDm y BBA) cumplirían con los requisitos establecidos por el Código Estructural (CodE) para hormigones con fines estructurales y la norma EN 197-1 para cementos Portland comunes, respectivamente.

ABSTRACT

Intense building and civil engineering activity in recent decades has driven to particularly acute environmental problems. Construction material manufacture (concrete, cement, steel...) entails the use of non-renewable resources, substantial energy consumption and the emission of greenhouse gases (CO₂, NO_x...). A related problem is the paucity of areas apt for use as landfills for the waste generated when structures are built, maintained or demolished. The generation of residues in the construction sector, as well as in other industries, for instance, the energy from biomass-fuelled power plants sector, portrays one of the main challenges that modern societies currently face. As a consequence, the cement and concrete industry has designed strategic approaches in order to reduce the environmental footprint associated to cement-based materials production.

The amount of construction and demolition waste (CDW) accounts for approximately 37% of the total volume of residues generated annually, and has increased considerably due to the high pace of construction industry growth in developed and developing countries. Along with this residue, biomass ash (BA) generation is likewise rising as a result of the latest augmentation in bioenergy production from biological waste burning, in a quest for new sources of renewable and clean energy. It is estimated that approximately 476 million tonne of ash is currently generated from biomass combustion per year around the world. Current policies developed worldwide with a view to downsizing the environmental footprint, meet the common objectives of raising the percentage of waste converted to valuable materials, in keeping with circular economy and sustainability premises. Additionally, these policies pursue a drop in greenhouse gases emissions, especially, the deployment of strategic tools for achieving the objective of reducing CO₂ emissions by at least 55% (*«fit for 55»*) by 2030.

In the last decades, the research community has been addressing the feasibility of recovering construction and demolition waste as well as biomass ash in the cement and concrete industry. Substituting part or the total of natural aggregate in concrete with recycled aggregate, or part of the clinker in cement with wastes from industrial by-products as supplementary cementitious materials (CDW or BA), makes it possible to reuse wastes that would otherwise end up in landfills, as well as contributes to carbon neutrality. Nonetheless, the scientific-technical understanding of the incorporation of both the mixed fraction from construction and demolition wastes (CDWm) and/or biomass

bottom ash (BBA) in cement and concrete applications is fraught with substantial gaps to date.

Therefore, the purpose of this study is to evaluate the possibility of reusing the mixed fraction of construction and demolition wastes and/or biomass bottom ash as supplementary cementitious materials or granular skeleton in the formulation of new eco-cements/eco-mortars and recycled concretes, with a lower clinker content and natural coarse aggregate, respectively. To achieve this, the study was divided into two lines of research: a) effect of incorporating optimized mixed recycled aggregate from construction and demolition waste on new recycled concrete properties; and b) effect of incorporating construction and demolition mixed waste powder and biomass bottom ash on the properties of new eco-cements and eco-mortars with lower clinker content.

The first line of research consisted in: i) assessing a surface treatment for mixed recycled aggregate (MRA) optimisation consisting in soaking the aggregate in polymers to improve their physical and mechanical properties; and ii) addressing the effect of using the treated MRA to replace 100% of the natural gravel on the fresh state (consistency, density and air content) and hardened state (compressive and tensile strength, electrical resistivity, ultrasonic pulse velocity, electrical resistivity, permeability to pressurised water, total water absorption, capillary absorption, resistance chloride penetration, air permeability, microstructure and porosity) concrete properties. The second line of research consisted in analysing the feasibility of incorporating 5%, 10%, 15% and 20% BBA or CDWm in the design of new eco-friendly binary cements, by means of the chemical, physical and mineralogical characterisation of the wastes; and the physical, mechanical and micro-structural characterisation of the pastes and mortars manufactured.

The first line of research results showed that the treatment studied improved MRA physical properties, lowering the water absorption and Los Angeles coefficients by surrounding the aggregate with an impermeable layer able to fill pores, prevented water ingress in the capillary network and densified aggregate microstructure. The conditions that optimised improvements in MRA properties were soaking in a 20% solution for 60 minutes and oven or air drying. The findings also showed that the use of treated MRA had no effect on concrete fresh state consistency, density nor the percentage of entrained air; and the use of treated MRA had no significant effect on concrete compressive and splitting tensile strength. Greater durability in air- than oven-dried pre-treated MRA-bearing concrete was obtained, attested to by the 64% lower water permeability, 17%

lower sorptivity, 58% lower oxygen permeability and 28% lower chloride penetration in the former than observed in a reference concrete prepared with untreated recycled aggregate.

With regard to the second line of research results, it can be noted that the new cements with BBA or CDWm meet the EN 197-1 regulatory requirements for initial setting time, soundness and resistance; with no workability problems recorded. The binary eco-mortars made with BBA developed greater compressive strength and presented lower porosity at a later age than the reference mortar and the binary eco-mortars made with CDWm. Additionally, the new binary-blended eco-cements made with 15% and 20% BBA meet the requirements set forth in EN 197-1 for CEM IV/A cements, making them suitable for use in construction.

Lastly, the final conclusion drawn from the study is that recycled concretes manufactured with the optimised mixed recycled aggregate (MRA) and binary eco-cements/eco-mortars manufactured with the supplementary cementitious materials (CDWm and BBA) meet the standard requirements set forth in the Spanish Concrete Regulation (CodE) for structural concrete and in the European standard EN 197-1 for Portland common cements, respectively.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

Capítulo 1. Introducción	1
1.1. El cemento y el hormigón en el sector de la construcción	3
1.2. El cemento y el hormigón en un contexto de desarrollo sostenible	4
1.2.1. Situación en materia de desarrollo sostenible a nivel nacional e internacional.	4
1.2.2. El modelo de la economía verde y circular.....	7
1.2.3. Problemática medioambiental de la producción del cemento y el hormigón..	10
1.3. Antecedentes y estado de la cuestión.....	15
1.3.1. Marco normativo sobre los residuos a escala nacional e internacional	15
1.3.1.1. Directiva (UE) 2018/851 del Parlamento Europeo y del Consejo de 30 de mayo de 2018 por la que se modifica la Directiva 2008/98/CE sobre los residuos	16
1.3.1.2. Versión inicial del Plan Estatal Marco de Gestión de Residuos (PEMAR) 2023-2035	17
1.3.1.3. Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2023-2030.....	18
1.3.2. Residuos de construcción y demolición.....	19
1.3.2.1. Valorización de los residuos de construcción y demolición.....	21
1.3.2.2. Árido reciclado mixto como árido grueso en la industria del hormigón .	24
1.3.2.3. Polvo reciclado mixto como adición en la industria cementera.....	27
1.3.3. Cenizas de biomasa.....	29
1.3.3.1. Valorización de las cenizas de biomasa	30
1.3.3.2. Cenizas de biomasa de fondo en la industria cementera.....	31
1.3.4. Valorización conjunta de polvo reciclado mixto y cenizas de biomasa de fondo como adición en la industria cementera.....	32
1.4. Coherencia e importancia unitaria de la Tesis Doctoral	34

1.5. Descripción de las publicaciones.....	35
1.5.1. Propiedades de los hormigones reciclados fabricados con árido reciclado mixto procedente de RCD tratado superficialmente con polímeros	36
1.5.2. Durabilidad del hormigón reciclado fabricado con árido reciclado mixto procedente de residuos de construcción y demolición tratado superficialmente con polímeros	37
1.5.3. Diseño y evaluación de las propiedades físicas, mecánicas y microestructurales de los eco-cementos binarios incluyendo cenizas de biomasa de fondo o polvo reciclado mixto de residuos de construcción y demolición	39
1.6. Referencias bibliográficas	40
Capítulo 2. Objetivos	60
2.1. Objetivo general de la Tesis Doctoral.....	61
2.2. Objetivos específicos de la Tesis Doctoral	61
Capítulo 3. Metodología	64
3.1. Estudio de los hormigones fabricados con árido reciclado mixto	65
3.1.1. Material.....	65
3.1.2. Aplicación del tratamiento superficial	67
3.1.3. Caracterización de los áridos reciclados mixtos	67
3.1.4. Caracterización de los hormigones reciclados.....	67
3.2. Estudio de los eco-cementos/eco-morteros fabricados con cenizas de biomasa de fondo y/o polvo mixto de residuos de construcción y demolición	71
3.2.1. Material.....	71
3.2.2. Caracterización de las nuevas adiciones	72
3.2.3. Caracterización de los eco-cementos y eco-morteros binarios y ternarios.....	72
3.3. Referencias bibliográficas	75
Capítulo 4. Resultados	78

4.1. Estudio de los hormigones fabricados con árido reciclado mixto	79
4.1.1. Propiedades del árido natural y los áridos reciclados mixtos	79
4.1.1.1. Absorción de agua	79
4.1.1.2. Resistencia a la fragmentación.....	81
4.1.1.3. Estudio microestructural de los áridos	82
4.1.1.4. Efecto del tratamiento (análisis estadístico).....	83
4.1.2. Propiedades de los hormigones.....	86
4.1.2.1. Consistencia de los hormigones	86
4.1.2.2. Densidad y aire ocluido.....	86
4.1.2.3. Resistencia a compresión	87
4.1.2.4. Resistencia a tracción	88
4.1.2.5. Parámetros resistentes	88
4.1.2.6. Indicadores de calidad: resistividad eléctrica y velocidad de pulsos ultrasonicos	89
4.1.2.7. Permeabilidad al agua bajo presión.....	91
4.1.2.8. Efecto del tratamiento en las propiedades mecánicas y permeabilidad al agua (análisis estadístico).....	93
4.1.2.9. Absorción total de agua.....	95
4.1.2.10. Absorción capilar de agua	95
4.1.2.11. Permeabilidad al oxígeno	98
4.1.2.12. Resistencia a la penetración de cloruros	98
4.1.2.13. Microestructura	99
4.2. Estudio de los eco-cementos/eco-morteros fabricados con cenizas de biomasa de fondo y/o polvo mixto de residuos de construcción y demolición	102
4.2.1. Caracterización de las cenizas de biomasa de fondo y el polvo mixto de residuos de construcción y demolición	102

4.2.1.1. Caracterización química y mineralógica.....	102
4.2.1.2. Granulometría	104
4.2.1.3. Capacidad de fijar cal.....	104
4.2.2. Propiedades de los eco-cementos/eco-morteros binarios y ternarios fabricados con de las cenizas de biomasa de fondo y el polvo mixto de residuos de construcción y demolición	105
4.2.2.1. Puzolanicidad	106
4.2.2.2. Índice resistente.....	108
4.2.2.3. Demanda de agua, tiempo de inicio de fraguado y estabilidad de volumen	108
4.2.2.4. Trabajabilidad.....	109
4.2.2.5. Resistencia a compresión de los eco-morteros binarios.....	110
4.2.2.6. Efecto de la sustitución de OPC por BBA-B o CDWm-R en la resistencia a compresión (análisis estadístico).....	111
4.2.2.7. Porosidad y distribución de tamaño de poro de los eco-morteros binarios	113
4.2.2.8. Microestructura de los eco-morteros binarios.....	118
4.3. Referencias bibliográficas	120
Capítulo 5. Conclusiones	123
5.1. Conclusión general de la Tesis Doctoral	124
5.2. Conclusiones específicas de la Tesis Doctoral	124
5.3. General conclusion	129
5.4. Specific conclusions	129
Capítulo 6. Publicaciones en revistas científicas	134

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1. Objetivos medios estimados para el desarrollo de la estrategia de las 5Cs ...	13
Tabla 1.2. Clasificación de los áridos reciclados de RCD en función de su composición	22
Tabla 1.3. Técnicas de mejora de las propiedades de los áridos reciclados de RCD	27
Tabla 3.1. Propiedades de los áridos reciclados mixtos	67
Tabla 3.2. Propiedades de los hormigones reciclados fabricados con árido reciclado mixto	69
Tabla 3.3. Propiedades de los residuos analizados como adiciones en el cemento	72
Tabla 3.4. Propiedades de los eco-cementos binarios y ternarios	73
Tabla 4.1. Propiedades físicas y mecánicas de los áridos estudiados	80
Tabla 4.2. Estimaciones puntuales de los parámetros del modelo para la variable respuesta coeficiente de absorción de agua e intervalos de confianza del 95%	84
Tabla 4.3. Estimaciones de los parámetros del modelo para la variable respuesta coeficiente de Los Ángeles e intervalos de confianza del 95%	85
Tabla 4.4. Propiedades en estado fresco de los hormigones fabricados	86
Tabla 4.5. Resistencia mecánica de los hormigones fabricados	87
Tabla 4.6. Índices resistentes de los hormigones fabricados	89
Tabla 4.7. UPV y profundidad de penetración de agua bajo presión de los hormigones	90
Tabla 4.8. Coeficientes de permeabilidad al agua de los hormigones	93
Tabla 4.9. Parámetros estadísticos del ANOVA test, intervalos de confianza del 95% y suposiciones del modelo	94
Tabla 4.10. Resultados del test HSD de Tukey	95
Tabla 4.11. Coeficientes de capilaridad y sorptividad en función de la raíz cuadrada y la raíz cuarta del tiempo de las mezclas estudiadas	97
Tabla 4.12. Composición química de las adiciones BBA-B y CDWm-R	102

Tabla 4.13. Índice resistente de los eco-morteros con BBA-B, CDW _m -R y BBA-B+CDW _m -R (1:1).....	107
Tabla 4.14. Propiedades físicas de los eco-cementos diseñados	108
Tabla 4.15. Variación de la resistencia a compresión, expresada en porcentaje respecto a OPC	111
Tabla 4.16. Parámetros del modelo estadístico ANOVA con un factor	112
Tabla 4.17. Diferencias entre las medias de la variable respuesta para las mezclas binarias estudiadas a la edad de 180 d.....	113
Tabla 4.18. Porosidad de los morteros binarios estudiados a la edad de 180 d.....	114

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Los materiales de base cemento como soluciones innovadoras.....	4
Figura 1.2. Diagrama de mariposa sobre el funcionamiento de la economía circular	8
Figura 3.1. Áridos utilizados en la fabricación de los hormigones estudiados: a) árido fino natural; b) gravilla natural; c) grava natural; y d) árido grueso reciclado mixto.....	66
Figura 3.2. Adiciones utilizadas en los eco-cementos estudiados: a) cenizas de biomasa de fondo; y b) polvo mixto de residuos de construcción y demolición.....	72
Figura 4.1. Coeficiente de absorción de agua del ARM.....	81
Figura 4.2. Coeficiente de Los Ángeles del ARM.....	82
Figura 4.3. Micrografía y mapping de la muestra 20%-60'-O	83
Figura 4.4. Micrografía y mapping de la muestra 20%-60'-A	83
Figura 4.5. Resistividad eléctrica de los hormigones estudiados	90
Figura 4.6. Frentes de penetración del agua bajo presión en los hormigones: a) RC-100; b) RC-100_O y c) RC-100_A.....	92
Figura 4.7. Curva de absorción capilar obtenida de forma experimental.....	96
Figura 4.8. Permeabilidad al oxígeno y resistencia a la penetración de cloruros a 28 días	98
Figura 4.9. Propiedades del sistema poroso de los hormigones	99
Figura 4.10. Micrografías de los hormigones reciclados: a, d y g) Morfología de los hormigones reciclados (x 30 aumentos); b, e y h) ITZ del ARM sin tratar y tratado/pasta (x2500 aumentos); y c, f e i) Zoom de la ITZ (x9000 aumentos)	101
Figura 4.11. Patrones de difracción de rayos X (XRD) correspondientes a las adiciones BBA-B y CDWm-R	104
Figura 4.12. Capacidad de fijar cal en función del tiempo para las SCMs (BBA-B, CDWm-R y BBA-B+CDWm-R 1:1)	105
Figura 4.13. Puzolanicidad de los cementos binarios según el ensayo de Frattini a las edades de: a) 8 d; y b) 15 d.....	106

Figura 4.14. Morfología de las SCMs: a) BBA-B; y b) CDWm-R.....	109
Figura 4.15. Resistencia a compresión de los eco-morteros binarios.....	110
Figura 4.16. Distribución de tamaño de poro de los eco-morteros binarios a los 180 d	115
Figura 4.17. Distribución de los poros mayores de 0,05 mm en los morteros a 180 d: a) OPC; b) B5; c) B10; d) B15; e) B20; f) R5; g) R10; h) R15; y i) R20.....	116
Figura 4.18. Relación entre la porosidad total y el volumen de poros con la resistencia a compresión a 180 d.....	117
Figura 4.19. Relación entre el tamaño medio de poro y la resistencia a compresión a 180 d.....	118
Figura 4.20. Microestructura de la matriz y la ITZ de los morteros a la edad de 90 d: a) OPC; b) B20; y c) R20	119
Figura 4.21. Geles C-S-H: a) OPC; b) B20; y c) R20	119
Figura 4.22. Placas de portlandita (CH): a) OPC; b) B20; y c) R20	120

Capítulo

1

Introducción

Capítulo 1. Introducción

En el primer capítulo de la Tesis Doctoral «*Efectos de la biomasa y los residuos de construcción y demolición en las propiedades del cemento, el mortero y el hormigón*» se abordan las cuestiones elementales que han dirigido a su planteamiento y desarrollo. A través de las etapas de revisión bibliográfica, fase de laboratorio, análisis e interpretación de resultados, establecimiento de conclusiones, redacción y publicación de artículos científicos; se ha podido concretar un trabajo de investigación innovador, alineado con los principales retos a los que se enfrentan las sociedades modernas, así como la comunidad científica en la búsqueda de materias primas alternativas para la formulación de nuevos eco-materiales de base cemento, que contribuyan a la descarbonización del sector de la construcción. En esta sección se analizan varias ideas clave, encontrándose entre ellas la importancia del papel que siguen representando el cemento y el hormigón en los ámbitos de la ingeniería civil y la arquitectura, la situación actual en materia de medio ambiente ligada al sector de la construcción, así como los antecedentes y el estado de la cuestión sobre la valorización de las cenizas de biomasa y los residuos de construcción y demolición en las industrias cementera y del hormigón. De igual forma, se plantean la coherencia e importancia unitaria de la Tesis Doctoral y se recoge una breve descripción de las publicaciones realizadas en revistas científicas de impacto a nivel mundial recogidas en el *Journal Citation Report (JCR)*.

1.1. El cemento y el hormigón en el sector de la construcción

La industria de la construcción constituye uno de los principales motores de desarrollo a escala global, encontrándose su actividad intrínsecamente relacionada con el crecimiento económico. Dentro del amplio abanico de materiales empleados en la actualidad en el sector de la construcción, el cemento continúa ocupando un puesto de especial relevancia debido a su alta demanda para la búsqueda de soluciones en los ámbitos de la edificación y la ingeniería civil. La utilización del cemento como conglomerante en la fabricación de morteros y hormigones ha desempeñado un papel protagonista en la ejecución de las obras públicas y el urbanismo de los siglos XX y XXI. Las razones por las que los materiales de base cemento se mantienen entre los más empleados en el sector de la construcción son, fundamentalmente:

- i) la disponibilidad de las principales materias primas necesarias para su fabricación, en concreto, la caliza, la arcilla, el yeso, los áridos naturales y el agua; encontradas de forma común en prácticamente cualquier parte del mundo;
- ii) la gran diversidad de aplicación que poseen, pudiendo formar parte de los elementos tanto estructurales como no estructurales de las diferentes etapas de cualquier tipo de construcción, ej. revestimientos, cimientos, losas, dinteles, voladizos, muros, pilares, forjados, pavimentos, tuberías, canales, presas, o estribos, tableros y apoyos de puentes y viaductos;
- iii) su versatilidad en la puesta en obra, siendo sencillo su vertido y moldeado, al tratarse de un material cuya plasticidad en estado fresco le permite adoptar una extensa variedad de formas de acuerdo con los diseños del proyecto (Figura 1.1);
- iv) su buen comportamiento mecánico y durable, con su alta capacidad para soportar cargas por unidad de área, así como su larga vida útil y sus aptitudes para tolerar las condiciones físicas y químicas adversas a las que puedan estar expuestos, sin comprometer los estados límites último y de servicio de las estructuras construidas con ellos; y
- v) el relativo bajo coste al que pueden ser producidos en comparación con otros materiales de construcción, además de poder ser generados fácilmente en altas cantidades, lo cual convierte su uso en una alternativa satisfactoria para grandes proyectos.

En este contexto, la Unión Europea (UE) ha reconocido a la industria cementera como un pilar fundamental en el desarrollo de la economía de sus Estados Miembro, al llevar a cabo una función clave como fuente de suministro de un material esencial para el sector de la construcción, así como por formar parte de un conjunto de cadenas de valor imprescindibles y estratégicas en el desarrollo socio – económico de las sociedades. En particular, las cifras de producción y consumo de cemento alcanzaron los 182,5 millones de toneladas y los 14,9 millones de toneladas en la Unión Europea y España, en el año 2022, respectivamente [1, 2]. A su vez, el hormigón, como principal producto derivado del cemento, es el segundo producto más consumido en el mundo solo por detrás del agua, de manera que el 70% de la población mundial vive en edificaciones hechas con estructuras de hormigón; y es el pilar básico de las infraestructuras de transporte, la gestión del agua, y el sector energético (plantas térmicas y nucleares) [3]. Finalmente, a estos datos se suma el continuo deseo de la ingeniería y la arquitectura por caminar a la par de los avances socioeconómicos, tecnológicos y medioambientales como artífices de progreso, que eleva la virtud innovadora de la comunidad científica junto a los profesionales del sector. Por este motivo, cementos, morteros y hormigones, se consideran materiales en perpetua evolución y, por ende, susceptibles de cambios y mejoras de forma constante a lo largo de los años.



Figura 1.1. Los materiales de base cemento como soluciones innovadoras [4]

1.2. El cemento y el hormigón en un contexto de desarrollo sostenible

1.2.1. Situación en materia de desarrollo sostenible a nivel nacional e internacional

El impacto ambiental y la huella ambiental atribuidos a la actividad humana, y en especial, al uso de combustibles fósiles, son los principales causantes de la variación a

largo plazo de las temperaturas y los patrones del planeta a los que hace referencia el cambio climático. El creciente interés por la protección del entorno, que ha ido emergiendo en la sociedad y la economía desde hace unas décadas hasta el momento actual, ha sentado las bases sobre las que se han ido forjando, de manera gradual, las nuevas políticas en cuestión de medio ambiente y desarrollo sostenible. En este sentido, diversos instrumentos institucionales han sido diseñados con el propósito de evitar un posible escenario de riesgo en el que los daños sobre el planeta resulten irreversibles.

Entre las diferentes iniciativas adoptadas a nivel internacional, comunitario y nacional se encuentran la Agenda 2030 para el desarrollo sostenible y los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS), el Acuerdo de París, el Pacto Verde Europeo, el Objetivo 55 «*fit for 55*» y la Agenda 2050.

En primer lugar, la Agenda 2030 [5] es un plan de acción en favor de las personas, el planeta y la prosperidad; aprobado en el año 2015 por la Organización de las Naciones Unidas (ONU). Se trata de una alianza global de colaboración y una guía de referencia para el trabajo de la comunidad internacional hasta el año 2030, en la que se establecen los 17 Objetivos con 169 metas de Desarrollo Sostenible [6], dirigidos a los gobiernos, el sector privado y la sociedad civil. En términos de medio ambiente, la Agenda 2030 se centra en poner freno al cambio climático, para trazar la senda hacia una sostenibilidad prolongada en el tiempo. En esta línea, cabe destacar los Objetivos de Desarrollo Sostenible: (7) Energía sostenible y no contaminante; (9) Industria, innovación e infraestructura; (12) Producción y consumo responsables; y (13) Acción por el clima. Paralelamente, el Acuerdo de París [7] es un tratado internacional de la Convención Marco de las Naciones Unidas para el Cambio Climático (CMNUCC) jurídicamente vinculante, que entró en vigor en el año 2016 y al que se encuentran adheridos una serie de países firmantes. Este compromiso funciona en ciclos de cinco años de negociaciones climáticas como causa común para una transformación económica, social y medioambiental. En el año 2020, los países presentaron sus planes de acción climática conocidos como Contribuciones Nacionalmente Determinadas (NDC por sus siglas en inglés). Los objetivos centrales del Acuerdo de París son atenuar la amenaza ecuménica del cambio climático y fortalecer la capacidad de los países para hacer frente a los efectos desencadenados por él. Para ello, se busca mantener el aumento de la temperatura global por debajo de 2°C sobre los niveles preindustriales, primordialmente con la mitigación de las emisiones de gases de efecto invernadero (GEI).

Por otra parte, entre las estrategias catalizadoras para la transición ecológica diseñadas por la Unión Europea (UE) se encuentra el Pacto Verde Europeo [8], que formaliza el programa de Europa para el crecimiento sostenible presentado en el año 2019. Este conjunto de propuestas adoptadas por la Comisión Europea para responder a los desafíos del cambio climático pretende garantizar la transformación de la UE en una economía moderna y competitiva, a la par que equitativa socialmente y eficiente en el uso de los recursos y la energía. Con esta finalidad, se plantea como uno de los principales propósitos la erradicación de las emisiones netas de gases de efecto invernadero en 2050 o neutralidad climática. En esta misma dirección, pero acometiendo un plazo más cercano en el tiempo, el paquete legislativo Objetivo 55 «*fit for 55*», establecido tras la aprobación de la Ley Europea del Clima en el año 2021, constituye el plan que persigue reducir las emisiones netas de gases de efecto invernadero en al menos un 55% hasta 2030, en comparación con los niveles de 1990.

Finalmente, España 2050 [9] alberga la hoja de ruta estatal sobre los fundamentos y propuestas para una estrategia nacional de largo plazo. De acuerdo con los aspectos medioambientales señalados anteriormente, se ponen de manifiesto los desafíos de futuro: convertirnos en una sociedad neutra en carbono, sostenible y resiliente al cambio climático; y promover un desarrollo territorial equilibrado, justo y sostenible. El primero de estos desafíos hace referencia a la necesidad de cambiar la forma en la que las personas se relacionan con la naturaleza, caminando rumbo a una economía circular y neutra en carbono antes de 2050 para minimizar los impactos del cambio climático. Asimismo, el segundo desafío expone la urgencia de trabajar por un modelo de ciudad compacta sostenible integrando la transición ecológica, ante un escenario de acentuada y rápida urbanización en áreas metropolitanas.

En definitiva, se trata de una serie de herramientas diseñadas para garantizar el complejo equilibrio entre medio ambiente, economía y sociedad. Las diferentes perspectivas desde las que se aborda el concepto del desarrollo sostenible tienen como razón colectiva velar por la reparación del daño ambiental, disponiendo las pautas para la mejora climática y la disminución de la huella de carbono, en un contexto universal que evoluciona necesariamente hacia una economía verde y circular.

1.2.2. El modelo de la economía verde y circular

El progreso y los avances tecnológicos forman parte de la mejora en la calidad de vida de los seres humanos. Estas transformaciones afectan al modelo económico e industrial, ya que permiten aumentar la producción de bienes y servicios, además de generarlos de una manera más eficiente. Como consecuencia, los cambios inducidos en el estilo de vida de la población son sumamente rápidos hoy en día. Sin embargo, la obtención de productos cada vez más elaborados crea con frecuencia cadenas abiertas, consumiendo recursos y depositando desechos que se acumulan en el medio ambiente sin poder ser procesados por los ecosistemas [10]. Por tanto, se trata de actividades que pueden llegar a ser altamente contaminantes, convirtiéndose en incompatibles con el modelo de la economía verde y circular; y un peligro a largo plazo para los seres vivos. Para hacer frente a esta situación, en los últimos años, se están intentando incentivar los procesos de innovación para el tratamiento de los residuos y el diseño de nuevos productos sostenibles a partir de ellos, de manera que puedan ser introducidos otra vez en el mercado.

El concepto de «*economía verde*» fue acuñado por primera vez por Pierce et al. [11], y adoptado en el seno del Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente (UNEP por sus siglas en inglés), como responsable de coordinar las respuestas a los problemas medioambientales dentro del sistema de las Naciones Unidas, en el año 2011. Este organismo la define como la economía que resulta en un mayor bienestar humano y equidad social, reduciendo significativamente los riesgos ambientales y la escasez ecológica [12]. De la confluencia entre «*economía verde*» y «*crecimiento verde*» se extrae un nuevo enfoque frente a los modelos clásicos de economía y crecimiento. El crecimiento verde se centra en propiciar las condiciones necesarias para la innovación, la competencia y la inversión que pueden hacer surgir nuevas fuentes de desarrollo económico racionales con los ecosistemas [13].

De forma similar, la idea de economía circular busca la conversión del patrón lineal y abierto «*extraer – fabricar – usar – tirar*» en un modelo cerrado y cíclico para la producción y el consumo sostenibles basado en la secuencia «*extraer/reciclar – rediseñar – producir/refabricar – usar/reutilizar/reparar – recolectar/separar – tirar/reciclar*». El objetivo de este nuevo planteamiento es disminuir la utilización de materias primas y energía, así como minimizar la contaminación de aire, suelos y cauces, mediante la extensión de la vida de los productos y la reducción de la cantidad de residuos generados.

La economía de producción y consumo lineales fue puesta en jaque formalmente en el año 1987 por el Informe Brundtland [14], el cual sugería a las economías modernas crear políticas que protegieran los recursos naturales y cumplieran con las demandas de la sociedad, a la vez que garantizaran la capacidad de las futuras generaciones de satisfacer sus propias necesidades. En esta línea, la economía circular recibe su inspiración de los Principios de Hannover [15], trazados en base a la filosofía del arquitecto William McDonough y el químico Michael Braungart; y el modelo de pensamiento «de la Cuna a la Cuna» (*Cradle to Cradle, C2C*) [16].

La Figura 1.2 muestra el diagrama de mariposa que permite la visualización esquemática del ciclo de vida de cualquier elemento dentro del modelo de la economía circular [17]. Este esquema se caracteriza por representar las etapas que atraviesan los diferentes tipos de productos y la forma en la que cada fase del proceso posibilita que sus componentes se mantengan en uso, en lugar de convertirse en residuos. En la sección izquierda del diagrama, se observa el ciclo biológico para la materia que es convertida en productos y consumida; la cual puede biodegradarse al final de su vida útil volviendo de manera segura al medio ambiente o utilizarse para la producción de energía. Simétricamente, en la sección derecha del diagrama se puede ver el ciclo técnico para la materia que es transformada en productos y utilizada por los usuarios finales, pudiendo volver al ciclo al final de su vida útil con la aplicación de determinados protocolos.

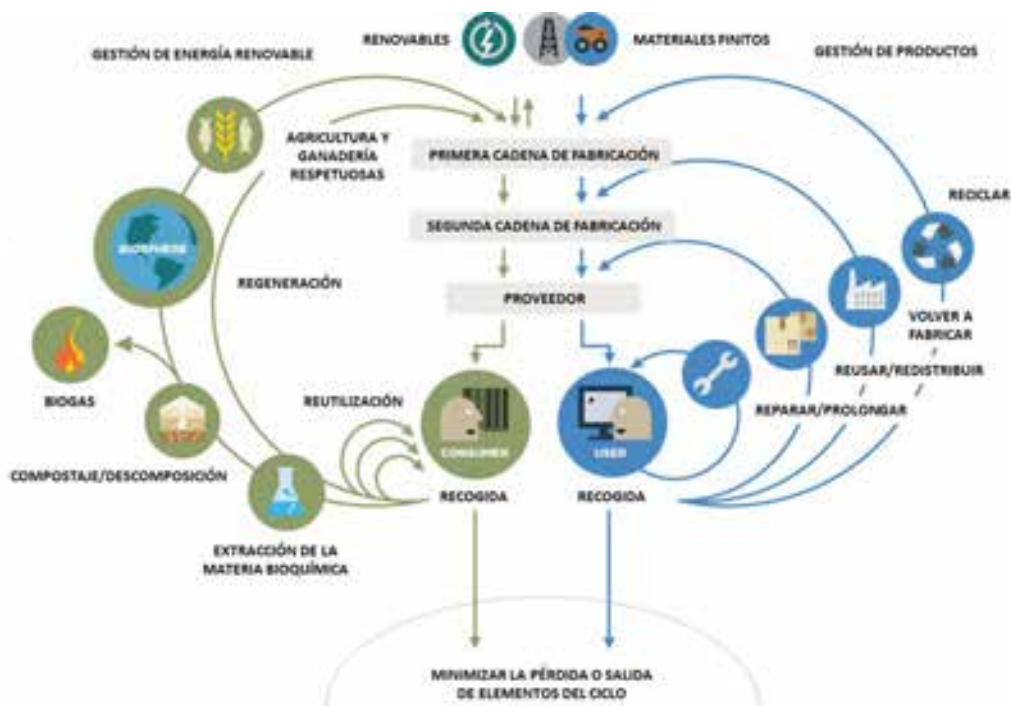


Figura 1.2. Diagrama de mariposa sobre el funcionamiento de la economía circular [17]

En el año 2015, nace el camino para la transición hacia la economía circular en la Unión Europea abarcando todas las diferentes etapas del ciclo de vida de los productos: diseño y producción, consumo, gestión de residuos y aprovechamiento de los recursos contenidos en los desechos mediante su reintroducción en la economía; además de una cuestión transversal centrada en la innovación y las inversiones. Estos planteamientos se congregaron en el primer Plan de Acción de la Unión Europea para la economía circular [18] de 2015. Siguiendo esta trayectoria, la Comunidad de Extremadura apostó en el año 2017 por emprender una evolución hacia una estrategia propia de economía verde y circular mediante el consenso con los agentes económicos, políticos y sociales extremeños. El proyecto colectivo se consolidó mediante el plan de acción conocido como Estrategia de economía verde y circular Extremadura 2030 [19]. Este documento se basa en una serie de informes previos de referencia redactados mediante procesos participativos, y tiene como meta elaborar, además de poner en marcha, un modelo de desarrollo sostenible basado en la economía verde y circular, el cual gire en torno al potencial medioambiental regional y promueva la transformación del tejido empresarial extremeño.

Más tarde, se creó el Plan de Acción de la Unión Europea para la Economía Circular [20] de 2020, que constituye uno de los principales elementos incluidos en el Pacto Verde Europeo. Este nuevo plan de acción de 2020 pretende ser facilitador de iniciativas, así como promotor de los procesos de economía circular para su estandarización, consiguiendo con ello fomentar el consumo sostenible y que los recursos utilizados se mantengan en la economía de la UE durante el mayor tiempo posible [21, 22]. En correspondencia, a nivel nacional, España Circular 2030 [23] representa la estrategia española aprobada en 2020 para impulsar un nuevo modelo económico y medioambiental. Con ella, se busca otorgar un mayor valor a los productos, materiales y recursos; en un esfuerzo por lograr una economía sostenible, descarbonizada, eficiente y competitiva. La Estrategia Española de Economía Circular (EEEC) se alinea consecuentemente con los objetivos del Plan de Acción de Economía Circular de la Unión Europea de 2020, el Pacto Verde Europeo y la Agenda 2030 para el desarrollo sostenible; y se materializó a través del I Plan de Acción de Economía Circular 2021-2023 [24], para una transición efectiva hacia la economía circular.

Recientemente, el Informe sobre la Circularidad 2023 [25] ha puesto de manifiesto que la economía circular a nivel mundial tiene un alcance, únicamente, del 7,2% en la

actualidad, lo que significa que el 92,8% del flujo de materiales que forman parte de la economía mundial proceden aún de fuentes vírgenes. A pesar de las limitaciones del concepto de economía circular [26, 27], existen potenciales beneficios en la adopción de este modelo económico, mediante la aplicación de determinadas técnicas propuestas para producción y consumo, tanto a nivel microeconómico como en la escala macroeconómica [28]. En el año 2016, Lieder y Rashid [29] propusieron una forma práctica de avanzar hacia la implementación de la economía circular a gran escala, indicando estrategias concretas a nivel industrial, así como las perspectivas sistemáticas hacia las que dirigir el foco del cambio en adelante. De manera paralela, el Informe de Impacto sobre la Economía Circular 2023 [30] plantea que, en base a una serie de soluciones alrededor de actividades clave, entre las que se encuentra el sector de la construcción, se podría rebajar en un tercio la extracción de materias primas en favor del medio ambiente, suelos y curso acuático; limitando el calentamiento global de acuerdo con los objetivos del Acuerdo de París y apoyando a los trabajadores y la sociedad en general en el camino hacia la transición ecológica.

1.2.3. Problemática medioambiental de la producción del cemento y el hormigón

Dentro del marco político y socioeconómico de desarrollo sostenible, verde y circular previamente descrito, se considera que el coste medioambiental implícito en la fabricación de materiales de base cemento se encuentra entre los más significativos en términos globales, por lo que constituye un auténtico reto para las industrias cementera y del hormigón. Como consecuencia, el fuerte crecimiento experimentado por el sector de la construcción y el urbanismo durante las últimas décadas en países desarrollados y, en especial, en países en vías de desarrollo, se presenta como una cuestión de singular relevancia frente a la conservación del medio natural. La problemática e impacto medioambientales intrínsecos a la producción y el consumo de cemento, mortero y hormigón a lo largo de todas las fases de la vida de estos materiales reside, principalmente, en:

- i) la intensiva extracción de materias primas necesarias para su fabricación, con la consecuente explotación del entorno que esta actividad genera y la dependencia de recursos naturales finitos procedentes de yacimientos agotables. En concreto, en el caso del cemento, destaca la cuantía de caliza y arcilla empleadas, que representa, respectivamente, entre un 75 – 85% y un 10 – 25% de la composición del crudo que

posteriormente será clinkerizado en los hornos; estimándose su consumo en 1,7 toneladas de materias primas por tonelada de clínker [31]. En cuanto a los morteros y los hormigones, la incorporación de los áridos que forman su esqueleto granular se encuentra en una horquilla del 60 – 75% del volumen de estos materiales [32]. Por tanto, se plantea, de igual forma, el conflicto generado por las tareas extractivas en minas, canteras y cauces de río para la obtención de áridos naturales de machaqueo y de cantos rodados. En el año 2022, la extracción y el consumo total de áridos naturales para la construcción alcanzó los 137,4 millones de toneladas en España [33]. Asimismo, a los aspectos anteriores se suman la complejidad burocrática y los plazos de tramitación necesarios para conseguir autorizaciones de apertura de canteras que, en el caso de España, se asienta sobre tres pilares básicos legislativos: legislación minera, legislación ambiental y legislación urbanística. La Ley de Minas vigente en España en la actualidad es la Ley 22/1973 de 21 de julio [34], la cual otorga a cada Comunidad Autónoma la posibilidad de establecer los requisitos que considere oportunos para conceder los permisos de explotación. Sin embargo, esta ley preconstitucional no incorpora criterios de sostenibilidad y no está adecuada a los procedimientos de evaluación de impacto ambiental que establece la Ley 21/2013, de 9 de diciembre, de evaluación ambiental [35]. De igual modo, la extracción de áridos en zonas de cauces de ríos se encuentra restringida por el Reglamento del Dominio Público Hidráulico (Real Decreto 849/1986, de 11 de abril) [36], según el cual la utilización de los bienes situados en ellos requerirá la previa concesión de autorización administrativa, con posibilidad de declarar la incidencia ecológica desfavorable y exigir garantías para la restitución del medio.

- ii) las grandes cantidades de energía eléctrica y procedente de combustibles fósiles consumidas para la extracción de las materias primas, debido a los procesos y equipos implicados en estas actividades [37]; así como la alta demanda energética asociada a la fabricación del clínker, la cual asciende de media a 3,4 GJ de energía térmica y 110 kWh de energía eléctrica por tonelada de cemento producido [38, 39]. En particular, el uso de fuentes de energía no renovables pone en especial entredicho la viabilidad de llevar a cabo una utilización óptima de los recursos por parte de las industrias cementera y del hormigón. De acuerdo con Vázquez Espí [10], se suele atribuir a la edificación el 50% del consumo de la energía fósil, siendo el coque del

petróleo el principal combustible empleado en el sector del cemento y el hormigón para su fabricación.

- iii) la emisión de gases de efecto invernadero a la atmósfera, tanto en los procesos de extracción de las materias primas, como durante la fabricación del cemento, con especial mención a la huella de carbono, ya que, por cada tonelada de cemento producido, la suma de CO₂ que se libera en el medio ambiente se encuentra dentro del rango de 0,73 – 0,99 toneladas [40, 41]. Además, se estima que el proceso completo de producción del cemento representa el 8% de las emisiones antropogénicas de CO₂, incluidas, además de las emisiones por combustión, las emisiones de CO₂ por calcinación (descarbonatación) de la caliza en los hornos durante el proceso de clinkerización [42]. De acuerdo con el Sistema Español de Inventario de Emisiones [43], además de gases de efecto invernadero, también se liberan contaminantes atmosféricos y partículas, entre ellos, óxidos de nitrógeno (NO_x), compuestos de azufre (SO_x) y polvo.
- iv) la generación y el vertido de los residuos que se producen a lo largo de todas las etapas de la vida de las estructuras fabricadas con materiales de base de cemento, es decir, durante la construcción, la explotación, el mantenimiento, la reparación y la demolición; conocidos como residuos de construcción y demolición (RCD). Esto se debe a que el depósito de estos desechos en zonas tanto habilitadas, como no habilitadas, provoca una continua ocupación del territorio y un alto grado de contaminación e impacto visual. En la actualidad, existe una creciente dificultad para habilitar nuevas zonas para el vertido de RCD, lo que deriva en la necesidad de adecuar un mayor número de plantas de transferencia y plantas de tratamiento, con el objetivo de evitar que sean eliminados sin control o acaben en vertederos ilegales.

Frente a esta situación, y gracias a la fuerte repercusión que el debate sobre el cambio climático y la huella de carbono ha ido adquiriendo en los últimos años, la Comisión Europea ha lanzado recientemente un conjunto de iniciativas para la descarbonización del sector de la construcción a nivel europeo [44]. Con el propósito de diseñar una etapa de cero emisiones netas, la industria cementera europea publicó su Hoja de ruta para la neutralidad en carbono (Carbon Neutrality Roadmap) [45] en el año 2020. Este proyecto tiene como objetivo alcanzar la neutralidad climática en las cadenas de valor del cemento y el hormigón para el año 2050. Para ello, el documento sugiere las formas en las que las

emisiones de CO₂ se podrían reducir actuando en cada fase de producción, cuantifica la capacidad que tiene cada tecnología para disminuirlas, y realiza propuestas políticas y técnicas para lograr esta meta. Esta hoja de ruta completa las anteriormente elaboradas centrándose en cinco pilares principales, conocidos como el enfoque colaborativo 5Cs: clínker, cemento, hormigón, construcción, (re)carbonatación; o bien, clinker, cement, concrete, construction, (re)carbonation, por sus términos en inglés. Paralelamente, como estrategia de la industria cementera a nivel nacional, se encuentra la Hoja de ruta de la industria cementera española para alcanzar la neutralidad climática en 2050 [46]. En ella se detallan los objetivos medios estimados para el desarrollo de la estrategia de las 5Cs, los cuales se pueden observar en la Tabla 1.1, y cuyo cumplimiento está sujeto al desarrollo de un marco de políticas que facilite la aplicación de las nuevas tecnologías planteadas, así como de las inversiones necesarias. Finalmente, de manera complementaria, en el año 2021 se hizo pública la Guía de métodos de medición y factores de emisión para el sector del cemento en España [47], que establece los criterios para la orientación, tanto de los titulares de las fábricas de cemento como de las autoridades competentes, a la hora de cumplir con las distintas obligaciones de información sobre las emisiones de sustancias contaminantes a la atmósfera recogidas en la legislación vigente.

Tabla 1.1. Objetivos medios estimados para el desarrollo de la estrategia de las 5Cs [46]

Cadena de valor del cemento - 5Cs	Áreas que permiten una reducción significativa de las emisiones de CO ₂	Objetivos		
		2018	2030	2050
	Uso de materias primas descarbonatadas	3,15%	5%	8%
	Uso de combustibles biomasa	12%	20%	40%
	Mejora de la eficiencia energética	3.602 MJ/tck	3.400 MJ/tck	3.000 MJ/tck
5C - Clínter	Reducción de emisiones de proceso por clínker bajo en carbono	0%	2%	5%
	Reducción de emisiones de combustión por uso de hidrógeno y electrificación	0%	0%	10%
	Tecnologías de almacenamiento, captura y uso de carbono. Porcentaje de penetración	0%	1%	50%
5C - Cemento	Adiciones. Evolución del factor clínker	83%	75%	70%

Tabla 1.1. (Continuación de la Tabla en la página anterior)

	Origen renovable de la electricidad		50%	100%
	Transportes internos neutros (eléctricos y/o propulsados por hidrógeno)	0%	0%	100%
5C - Hormigón^a	Reducción de la cantidad de cemento por m ³ de hormigón de idénticas prestaciones	0%	5%	10%
	Transporte neutro (eléctricos y/o propulsados por hidrógeno)	0%	0%	100%
5C - Construcción	Eficiencia en el uso del hormigón: mejora en la eficiencia energética de las construcciones (no se contabilizan estas reducciones de CO ₂ ya que se estima que en 2050 toda la energía de los edificios provendrá de fuentes renovables)	n.a.	n.a.	n.a.
5C - (Re) Carbonatación	Recarbonatación del hormigón. Según metodología científica publicada y consenso multigeográfico, pendiente de evaluar por IPCC, se considera que, en la vida útil del hormigón, un 20% de las emisiones de proceso del clínker son reabsorbidas. Adicionalmente, si el hormigón se tritura al final de su vida útil se recarbonata un 3% más	0%	20%	23%

Nota – ^a *Concrete* en inglés; **n.a.**: no aparece

De manera similar, alineada con este mismo fin de lograr las emisiones netas neutras, se ha redactado la Hoja de ruta para la neutralidad climática en la industria de los áridos 2050 [48] en el año 2023, con aplicación tanto a nivel europeo como nacional. De acuerdo con esta guía, las fuentes disponibles y fiables de Análisis del Ciclo de Vida y la Declaración Ambiental de Producto (DAP) de las canteras y graveras, de la cuna a la puerta (extracción, transporte interno y fabricación) informan de que la huella de carbono de los áridos naturales se estima en un valor medio aproximado de 5 kg CO_{2-eq}/t. Así pues, esta Hoja de Ruta propone cuatro fases para lograr la descarbonización de la industria de los áridos para 2050: 1^a Fase 1990 – 2023 (Progreso individual inercial); 2^a Fase 2023 – 2030 (Progreso inicial); 3^a Fase 2030 – 2040 (Despliegue de tecnologías y acciones); 4^a Fase 2040 – 2050 (Finalización de la transición hacia la neutralidad en carbono). En ellas se tiene en cuenta el ciclo de vida de los áridos, dentro de la economía circular para la aceleración de la transición económica, recibiendo vital protagonismo su característica fundamental de ser potencialmente reciclables al 100%, en el marco de una gestión adecuada de la construcción o de la demolición de edificios e infraestructuras. Por último,

se propone un conjunto de indicadores clave para medir el progreso del sector y priorizar las acciones a realizar para la consecución de objetivos futuros.

1.3. Antecedentes y estado de la cuestión

1.3.1. Marco normativo sobre los residuos a escala nacional e internacional

Ante la necesidad de fijar los límites del crecimiento económico en el contexto del desarrollo sostenible, verde y circular que se menciona en las secciones 1.2.1 y 1.2.2, las diferentes administraciones nacionales e internacionales han acelerado la puesta en marcha de un marco normativo/legislativo en favor de la protección del medio ambiente. A las medidas ya comentadas, se suman las políticas y planes diseñados por las instituciones europeas, españolas y las correspondientes a sus demarcaciones territoriales administrativas, sobre el cambio hacia una economía más eficiente en el uso de los recursos, poniendo el foco de manera particular en la generación de residuos y su gestión.

La Ley 7/2022, de 8 de abril, de residuos y suelos contaminados para una economía circular [49], define «residuo» como «cualquier sustancia u objeto que su poseedor deseche o tenga la intención u obligación de desechar». Asimismo, establece para «gestión de residuos» la descripción «la recogida, el transporte, la valorización y la eliminación de los residuos, incluida la clasificación y otras operaciones previas; así como la vigilancia de estas operaciones y el mantenimiento posterior al cierre de los vertederos. Se incluyen también las actuaciones realizadas en calidad de negociante o agente». Según esta ley, las autoridades competentes aplicarán la jerarquía de residuos por el siguiente orden de prioridad: i) prevención; ii) preparación para la reutilización; iii) reciclado; iv) otro tipo de valorización, incluida la valorización energética; y v) eliminación. Además, los residuos se clasifican de conformidad con la Lista europea de residuos establecida en la Decisión de la Comisión, de 18 de diciembre de 2014, por la que se modifica la Decisión 2000/532/CE, sobre la lista de residuos, de conformidad con la Directiva 2008/98/CE del Parlamento Europeo y del Consejo [50].

Los documentos que definen el marco legislativo en materia de regulación de los residuos en la actualidad (manipulación, control de su producción y gestión) a nivel comunitario, nacional y regional, son:

- i) la Directiva (UE) 2018/851 del Parlamento Europeo y del Consejo de 30 de mayo de 2018 por la que se modifica la Directiva 2008/98/CE sobre los residuos [51];

- ii) la versión inicial del Plan Estatal Marco de Gestión de Residuos (PEMAR) 2023-2035 [52]; y
- iii) el Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2023-2030 [53].

1.3.1.1. Directiva (UE) 2018/851 del Parlamento Europeo y del Consejo de 30 de mayo de 2018 por la que se modifica la Directiva 2008/98/CE sobre los residuos

La Directiva 2018/851 [51] consiste en un documento adoptado por el Parlamento Europeo y el Consejo de la Unión Europea para modificar la Directiva 2008/98/CE sobre los residuos, ante la necesidad de actualizarla, completarla y garantizar su coherencia con la nueva legislación existente en la Unión Europea. La Directiva 2008/98/CE sobre los residuos tenía como finalidad establecer las bases para la protección del uso de los recursos, así como definir las medidas de prevención de los peligros que conlleva la generación y desecho de los residuos sobre la salud humana y el medio ambiente. En esta misma línea, la Directiva 2018/851 considera que la gestión de residuos en la Unión Europea debe mejorarse y transformarse en una gestión sostenible de las materias con miras a proteger, preservar y mejorar la calidad del medio ambiente, así como la salud humana. Los objetivos de la Directiva 2018/851 son la mejora de la eficiencia del uso de los recursos con una utilización prudente y racional, la mejora del uso de la energía renovable, el aumento de la eficiencia energética, la reducción de la dependencia de la Unión Europea de los recursos importados, la valorización de los residuos promoviendo los principios de la economía circular, la creación de nuevas oportunidades económicas y la contribución a la competitividad a largo plazo. En especial, se menciona la obligatoriedad de incrementar los objetivos establecidos en la Directiva 2008/98/CE del Parlamento Europeo y del Consejo en materia de preparación para la reutilización y de reciclado de los residuos. El contenido de esta Directiva se encuentra íntimamente relacionado con el recogido en la Directiva 2018/850 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 30 de mayo de 2018, por la que se modifica la Directiva 1999/31/CE relativa al vertido de residuos [54].

En términos de prevención de generación de residuos, el documento de la Directiva 2018/851 señala, específicamente, que entre las medidas mínimas que los Estados miembros deben adoptar para tal fin figuran: fomentar «la reutilización de los productos y la implantación de sistemas que promuevan actividades de reparación y reutilización, en particular respecto a los aparatos eléctricos y electrónicos, textiles y muebles, así como

envases y materiales y productos de construcción»; y reducir «la generación de residuos en procesos relacionados con la producción industrial, la extracción de minerales, la fabricación y la construcción y demolición, tomando en consideración las mejores técnicas disponibles». En cuanto a la valorización de residuos, se indica que «los Estados miembros adoptarán las medidas necesarias para garantizar que los residuos sean objeto de preparación para la reutilización, de reciclado o de otras operaciones de valorización». Finalmente, la Directiva 2018/851 mantiene el requisito de que los Estados miembros pongan en vigor sus propias disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para dar cumplimiento a lo establecido en ella respecto a los residuos y su gestión.

1.3.1.2. Versión inicial del Plan Estatal Marco de Gestión de Residuos (PEMAR) 2023-2035

Además de lo expuesto en la Directiva europea 2018/851 [51], de acuerdo con el artículo 12.3 de la ley 7/2022, de 8 de abril, de residuos y suelos contaminados para una economía circular [49], corresponde al Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico la elaboración del Plan Estatal Marco de Gestión de Residuos, el cual debe contener el diagnóstico de la situación, la estrategia general y las orientaciones de la política de residuos, así como los objetivos mínimos de recogida separada, preparación para la reutilización, reciclado, valoración y eliminación. Con este fin, se ha redactado el Plan Estatal Marco de Gestión de Residuos (PEMAR) 2023-2035, sometido a consulta e información pública durante los meses de julio y agosto de 2023, para su aprobación a finales del año. El PEMAR constituye el instrumento esencial para desarrollar las políticas sobre residuos en España y lo hace tomando el relevo del documento anterior, el Plan Estatal Marco de Gestión de Residuos (PEMAR) 2016-2022 [55].

La Versión inicial del Plan Estatal Marco de Gestión de Residuos (PEMAR) 2023-2035 [52] incluye las orientaciones comunitarias en política de residuos, las novedades de la ley 7/2022, de 8 de abril, de residuos y suelos contaminados para una economía circular, una descripción general de la situación actual de la gestión de los residuos en España, así como un desglose de los distintos tipos de residuos comprendidos en el documento. Igualmente, se incorporan los apartados sobre traslado de residuos, depósito de residuos en vertedero y suelos contaminados. Particularmente, sobre el depósito de residuos en vertedero se hace especial hincapié, no solo en la relevancia de la gestión de residuos,

sino también en la inquietud y el rechazo que suscitan en la ciudadanía las instalaciones en que se depositan los residuos, las condiciones de seguridad con que éstos son operados y sus potenciales efectos sobre el medio ambiente y la salud de las personas; en especial, cuando se trata de los residuos municipales y los de construcción y demolición.

1.3.1.3. Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2023-2030

Dando continuidad a los propósitos de la Directiva europea y el Plan estatal, en el seno de la Comunidad de Extremadura se ha desarrollado el Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2023-2030 [53] para la aplicación de las políticas en materia de residuos y su gestión en el territorio. En el año 2022, se anunció la salida a información pública de la versión inicial del Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2023-2030, que protagoniza el relevo del documento anterior, el Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2016-2022 [56]; y su estudio ambiental estratégico [57]. Tras la publicación recientemente de la resolución por la que se formula la declaración ambiental estratégica del Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2023-2030 [58], este ha sido aprobado por el Consejo de Gobierno de la Junta de Extremadura el día 23 de enero de 2024.

En este documento se materializan los nuevos retos a los que se enfrenta la región en los próximos años en cuestión de residuos y se diseña la estrategia a seguir. Paralelamente, se definen los criterios de ubicación de las nuevas instalaciones de tratamiento de residuos, conforme a lo indicado en el anexo VII de la Ley 7/2022, de 8 de abril, de residuos y suelos contaminados para una economía circular, que establece el contenido mínimo de los planes autonómicos de gestión de residuos, debiendo incluir, entre otra información, los criterios de ubicación para la identificación del emplazamiento y sobre la capacidad de las futuras instalaciones para la eliminación o la valorización. A este respecto, se tienen en cuenta aspectos como las condiciones climatológicas de la zona, los planes de urbanismo y las ordenanzas municipales de los correspondientes Ayuntamientos, la gestión de proximidad, la conexión o acceso a la red viaria, la vegetación, los hábitats naturales y de las especies que han motivado la designación de los lugares de alto valor ecológico, la protección de la calidad de las aguas, los cauces y el dominio público hidráulico, las condiciones geológicas, hidrológicas e hidrogeológicas de la zona o el patrimonio histórico y arqueológico de la región. Finalmente, además de describir y analizar la situación actual, se incorporan los programas específicos de

prevención de residuos para cada flujo de residuos, los detalles del plan y el establecimiento de una Comisión de seguimiento.

1.3.2. Residuos de construcción y demolición

El Real Decreto 105/2008, de 1 de febrero, por el que se regula la producción y gestión de los residuos de construcción y demolición [59] define este tipo de residuo como cualquier sustancia u objeto que cumpliendo la definición de «*residuo*» se genere en obras de construcción o demolición, entendiéndose por estas: i) la construcción, rehabilitación, reparación, reforma o demolición de un bien inmueble, tal como un edificio, carretera, puerto, aeropuerto, ferrocarril, canal, presa, instalación deportiva o de ocio, así como cualquier otro análogo de ingeniería civil; y ii) la realización de trabajos que modifiquen la forma o sustancia del terreno o del subsuelo, tales como excavaciones, inyecciones, urbanizaciones u otros análogos, con exclusión de aquellas actividades a las que sea de aplicación la Directiva 2006/21/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 15 de marzo, sobre la gestión de los residuos de industrias extractivas. Cualquier instalación que dé servicio exclusivo a la obra, con montaje y desmontaje durante la ejecución de la obra o al final de la misma, es considerada también parte integrante de la obra, ej., plantas de machaqueo, plantas de fabricación de hormigón, grava-cemento o suelo-cemento, plantas de prefabricados de hormigón, plantas de fabricación de mezclas bituminosas, talleres de fabricación de encofrados, talleres de elaboración de ferralla, almacenes de materiales y almacenes de residuos de la propia obra y plantas de tratamiento de los residuos de construcción y demolición de la obra. Asimismo, el conjunto de los residuos de construcción y demolición (RCD) comprende también los residuos procedentes de pequeñas actividades personales de construcción y demolición realizadas en los hogares [51]. Los RCD se encuentran recogidos en el capítulo 17 de la Lista europea de residuos [50], en el cual aparecen incluidos los siguientes subgrupos en función de su naturaleza: i) hormigón, ladrillos, tejas y materiales cerámicos; ii) madera, vidrio y plástico; iii) mezclas bituminosas, alquitrán de hulla y otros productos alquitranados; iv) metales; v) tierra; vi) materiales de aislamiento y materiales de construcción que contienen amianto; vii) materiales con yeso y viii) otros.

La gestión correcta de los RCD se realiza fundamentalmente en las siguientes instalaciones [52]:

- i) plantas de transferencia: son instalaciones para el almacenamiento temporal de los RCD que posteriormente van a ser tratados en instalaciones localizadas a grandes distancias. Su cometido principal es agrupar residuos y abaratar costes de transporte, si bien en ocasiones se efectúa en ellas algún proceso menor de triaje y clasificación de las fracciones de los residuos, buscando mejorar las características de los RCD enviados a las instalaciones de tratamiento.
- ii) plantas de tratamiento: son instalaciones en las que se seleccionan, clasifican y valorizan las diferentes fracciones que contienen los RCD, a fin de obtener productos aptos para su utilización directa, o residuos cuyo destino será otro tratamiento posterior de valorización o reciclado, y si éste no fuera posible, de eliminación en vertedero. Pueden ser fijas (ubicadas en un emplazamiento cerrado, con autorización administrativa) o móviles (constituidas por maquinaria y equipos que se desplazan a las obras para tratar en origen o a centros de tratamiento de forma temporal).
- iii) vertederos: son instalaciones para el depósito definitivo de los RCD. Dichas instalaciones deben cumplir los requisitos que les sean de aplicación incluidos en el Real Decreto 646/2020, de 7 de julio, por el que se regula la eliminación de residuos mediante depósito en vertedero [60].

La importancia de prestar especial atención a la valorización de este tipo de residuos, en el marco del desarrollo sostenible y la economía verde y circular, reside en el problema ambiental que plantean, derivado principalmente de: i) la gran cantidad en la que son producidos anualmente a escala global, con motivo de los elevados índices de actividad alcanzados por el sector de la construcción en las últimas décadas; y ii) su tratamiento, que en la actualidad es aún insatisfactorio o inexistente en la mayor parte de los casos. De acuerdo con los datos existentes, publicados por las instituciones competentes, se considera que el mayor flujo de residuos en la Unión Europea está protagonizado por los residuos de construcción y demolición (RCD), caracterizándose por representar más de un 37% del total de los residuos sólidos generados a nivel comunitario en el año 2020 [61]. En otras cifras, alrededor de 450 – 500 millones de toneladas de RCD se generan en la Unión Europea, anualmente [62]. En Extremadura, del medio millón de toneladas de residuos de construcción y demolición gestionado durante 2020 en las instalaciones de tratamiento autorizadas situadas en la región, un porcentaje de 48,8% del total fueron valorizadas, encontrándose aún lejos del objetivo ecológico fijado por la normativa en el

70% [53]. Entre los impactos ambientales que el desecho de los residuos de construcción y demolición provoca, cabe destacar la contaminación de suelos y acuíferos en vertederos incontrolados, el deterioro paisajístico y la pérdida de la posibilidad de aprovecharlos como recursos potenciales.

1.3.2.1. Valorización de los residuos de construcción y demolición




El concepto de la «valorización de los residuos» se refiere al conjunto de operaciones encaminadas a la obtención de un nuevo producto a partir de un desecho, con la capacidad de cumplir una función en la economía, existiendo un mercado que lo demanda y no generando un impacto adverso para el medio ambiente o la salud. En este sentido, se considera que los residuos de construcción y demolición (RCD) tienen potencial para ser reutilizados de nuevo en el ámbito de los materiales de construcción. La valorización de los RCD permite la obtención de áridos y polvos reciclados de RCD, mediante procesos como la separación, la trituración, la molienda, el tratamiento y la preparación de estos residuos. Tanto el árido reciclado como el polvo reciclado de residuos de construcción y demolición se clasifican en procedentes de RCD de hormigón, RCD mixto y RCD cerámico, en función de su composición [63].

La incorporación de los áridos reciclados gruesos y finos como subproductos resultantes de la valorización de los RCD se ha analizado y puesto en práctica, en las últimas décadas, como esqueleto granular en la formulación de hormigones y morteros más sostenibles; áridos reciclados para bases y subbases de carretera; y material de relleno en explotación de minas [64-72]. Siguiendo con esa línea de valorización, un número reducido de investigadores han evaluado la viabilidad técnica, económica y ambiental del uso de áridos reciclados de RCD para la fabricación de ladrillos [73]. Igualmente, en los últimos años ha ido emergiendo un creciente interés por la utilización de la fracción fina – polvo (<0,063 mm) de RCD, concretamente en el uso de polvo de RCD de hormigón para la fabricación de clínker [74] y el empleo de polvo de RCD como adiciones en el cemento (supplementary cementitious materials, o SCM por sus siglas en inglés). Este hecho se debe a que, junto a la producción de árido reciclado grueso y fino de RCD se obtiene polvo de RCD que constituye, aproximadamente, un porcentaje del 15 – 35% en peso [75]. Esta fracción pulverulenta (<0,063 mm) no tiene mayoritariamente aplicación industrial en la actualidad, a pesar de su composición, que puede ser rica en cal, sílice y/o pasta de cemento hidratada [76]. Para abordar la problemática medioambiental de la

producción de cemento y hormigón en el sector de la construcción previamente descrito, así como reducir la explotación de la naturaleza, el consumo energético, la huella de carbono y el impacto ambiental, la comunidad científica continúa estudiando el posible carácter estratégico de la utilización de áridos reciclados procedentes de RCD para la fabricación de hormigones reciclados (HR) y el empleo de polvo de RCD como adiciones.

En el caso de su utilización en hormigones, denominados hormigones reciclados, los áridos reciclados se emplean para sustituir el árido natural en un determinado porcentaje. De acuerdo con Hossain et al. [77], el impacto medioambiental neto que genera el consumo de áridos naturales procedentes del machaqueo de la roca madre puede verse reducido en una horquilla del 49 – 51% con la incorporación, en su lugar, de áridos reciclados procedentes de RCD. Una de las clasificaciones de los áridos reciclados procedentes de RCD con mayor aceptación a nivel nacional e internacional es la establecida por Agrela et al. [63], que los divide en los grupos que se muestran en la Tabla 1.2 en función de su composición.

Tabla 1.2. Clasificación de los áridos reciclados de RCD en función de su composición

Tipo de árido reciclado	Contenido cerámico	Contenido de hormigón	Apariencia visual [78]
Áridos reciclados de hormigón (ARH)	$\leq 10\%$	$\geq 90\%$	
Áridos reciclados mixtos (ARM)	0 – 30%	70 – 90%	
Áridos reciclados cerámicos (ARC)	$> 30\%$	$< 70\%$	

Los ARH han centrado un mayor interés científico-técnico por su evaluación y aplicación, al representar el hormigón un 40 – 55% de los constituyentes en bruto de los residuos de construcción y demolición [79, 80]. En la actualidad, el Código Estructural (CodE) [81],

es el documento que constituye el marco reglamentario por el que se establecen las exigencias que deben cumplir las estructuras de hormigón, las de acero y las mixtas hormigón-acero para satisfacer los requisitos de seguridad estructural y seguridad en caso de incendio, además de la protección del medio ambiente y la utilización eficiente de recursos naturales, proporcionando procedimientos que permiten demostrar su cumplimiento con suficientes garantías técnicas. Este documento incorpora los criterios de sostenibilidad introducidos en el proyecto y la ejecución de las estructuras de hormigón a través de algunos aspectos novedosos, como el empleo de hormigones reciclados. La regulación para la utilización de áridos reciclados en hormigones se encuentra descrita en el Capítulo 8 «*Estructuras de hormigón. Propiedades tecnológicas de los materiales*», Artículo 30 «*Áridos*».

El Artículo 30 del Capítulo 8 del Código Estructural [81] establece que, como áridos para la fabricación de hormigones, pueden emplearse áridos gruesos (gravas) y áridos finos (arenas), rodados o procedentes de rocas machacadas, así como escorias de horno alto enfriadas por aire o áridos reciclados, todos ellos según la norma UNE-EN 12620 [82] y, en general, cualquier otro tipo de árido cuya evidencia de buen comportamiento haya sido sancionado por la práctica y se justifique debidamente. En el caso de los áridos reciclados, se debe seguir lo establecido en el apartado 30.8. del mencionado artículo. En este apartado se establecen los requisitos complementarios a los establecidos para los áridos convencionales que deben cumplir los áridos gruesos reciclados. De acuerdo con el apartado 30.8, a efectos del Código Estructural, se define como «*árido reciclado*» únicamente al árido grueso reciclado obtenido como producto de una operación de reciclado de residuos de hormigón, permitiéndose su utilización en los términos recogidos en dicho artículo para la fabricación de hormigón reciclado (HR). Para su aplicación en hormigón estructural, este Código no contempla porcentajes de sustitución superiores al 20% en peso sobre el contenido total de árido grueso. Por encima de este valor será necesaria la realización de estudios específicos y experimentación complementaria en cada aplicación, que deberá ser aprobada por la Dirección facultativa. Asimismo, el árido grueso reciclado puede emplearse tanto para hormigón en masa como hormigón armado de resistencia característica no superior a 40 N/mm^2 , quedando excluido su empleo en hormigón pretensado.

Finalmente, la utilización de la fracción fina – polvo ($<0,063 \text{ mm}$) de RCD en la industria cementera se basa en su potencial actividad puzolánica y/o hidráulica o su naturaleza

inerte, gracias a sus características intrínsecas. En la actualidad, el polvo de RCD no tiene aplicación industrial y su utilización como adición para la fabricación de cementos no se contempla en la normativa, excepto en el caso del polvo reciclado de hormigón procedente de RCD. La norma europea EN 197-6 [83] recoge los requisitos para la fabricación de cemento con finos de hormigón reciclado. De acuerdo con esta norma, los finos de hormigón reciclado son un material mineral especialmente seleccionado y preparado procedente de plantas o unidades de producción de áridos gruesos, todo uno o de finos de hormigón reciclado; o recuperado de operaciones de producción de hormigón; o procedente de áridos de machaqueo recuperados. Al igual que ocurre con los áridos reciclados de hormigón, el análisis sobre el empleo del polvo reciclado de RCD procedente de hormigón ha centrado hasta ahora un mayor interés, por lo que se ha registrado un menor número de estudios que evalúen el uso del polvo reciclado de RCD cerámico, y en especial, el polvo reciclado de RCD mixto como adiciones en el cemento.

1.3.2.2. Árido reciclado mixto como árido grueso en la industria del hormigón

Los años 50 marcan el principio del interés de la comunidad investigadora por conocer las propiedades de los residuos de construcción y demolición, así como su posible valorización. Este hecho permitió comenzar la evaluación de sus aptitudes a la hora de ser empleados en forma de áridos reciclados, tanto en las fracciones finas (arenas) como en las fracciones gruesas (gravilla y grava), para la fabricación de nuevos hormigones, hormigones reciclados (HR). Desde entonces, son numerosos los trabajos de investigación que se han realizado sobre los áridos reciclados procedentes del machaqueo de hormigón y su incorporación en nuevas mezclas [37, 84-87] lo que ha permitido que en la actualidad se encuentre recogido su uso en algunas normativas europeas de hormigón y en el ámbito internacional.

Sin embargo, el inicio de la investigación sobre los áridos reciclados mixtos (ARM) y los áridos reciclados cerámicos (ARC) y su utilización en el diseño de hormigones tuvo lugar en torno a los años 90 [72], existiendo un menor número de estudios que versan sobre esta tipología de áridos reciclados. Entre las principales razones por las que esto ocurre, en el caso de los ARM, se encuentra el hecho de que los RCD que llegan a las plantas de tratamiento constituyen una mezcla de materiales de composición muy variada, difíciles de separar sin comprometer el precio final del árido [78]; además de presentar una mayor heterogeneidad que los áridos reciclados de hormigón. Junto al hormigón, el árido

desligado y las partículas cerámicas (tejas, ladrillos, baldosines, azulejos y sanitarios) pueden aparecer otros componentes minoritarios como asfalto, plástico, vidrio o madera [88]. A pesar de ello, la suma del conjunto de ARM y ARC puede llegar a alcanzar en algunos casos hasta un 67% del volumen total de los áridos reciclados que se obtienen en las plantas de reciclado de RCD [71].

Las propiedades físico-químicas de los áridos reciclados de RCD dependen, fundamentalmente de su composición y origen. A su vez, de ellas dependerán las propiedades en estado fresco y en estado endurecido (físicas, mecánicas y durables) de los hormigones reciclados que incorporen estos áridos reciclados dentro de su esqueleto granular. En líneas generales, los áridos reciclados gruesos de RCD, independiente de su naturaleza (hormigón, mixtos o cerámicos), tienen menores prestaciones que los áridos naturales (AN). Los áridos reciclados se caracterizan, principalmente, por presentar coeficientes de absorción de agua más elevados que los áridos convencionales, así como valores inferiores de densidad y resistencia a la fragmentación [37, 89].

En el caso de los áridos reciclados mixtos de RCD (ARM), los cuales presentan partículas procedentes del machaqueo de hormigón y cerámicas, esta pérdida prestacional se debe esencialmente a: i) presencia de mortero adherido a los áridos naturales dando lugar a la existencia de un mayor número de interfases (interfacial transition zone, ITZ por sus siglas en inglés) que en los hormigones convencionales [32]; ii) mayor porosidad asociada a la presencia de este mortero adherido, así como a la naturaleza de los componentes que constituyen a estos ARM [90, 91]; iii) microfisuras presentes en el ARM con motivo del proceso de reciclado [90, 91]; iv) propiedades intrínsecas de los materiales cerámicos [92-94]; y v) la aparición de impurezas como partículas flotantes [95] o yeso [96, 97], entre otras.

Como consecuencia de lo indicado anteriormente, las propiedades de los hormigones reciclados fabricados con los ARM se ven alteradas, por lo que estos hormigones tienden a presentar menores prestaciones que los hormigones convencionales con AN. Mientras que el número de estudios que versan sobre las prestaciones de los hormigones reciclados (HR) fabricados con árido grueso reciclado de hormigón [72, 85-87, 98-102] y árido grueso reciclado cerámico [72, 94, 103-111] es mayor, en especial, los que se pueden encontrar sobre la aplicación de los primeros; aún existe un limitado número de estudios realizados sobre hormigones reciclados fabricados con árido grueso reciclado mixto. Los

descensos registrados para la resistencia a compresión de los HR cuando el 100% de los NA son sustituidos por ARM se encuentran en un rango del 20 – 40% [71, 112, 113]. Las reducciones encontradas en las resistencias a tracción y a flexión oscilan entre 4 – 19%, aunque autores como Mas et al. [97] obtuvieron descensos de 30 – 40% para porcentajes de sustitución inferiores al 40%. Por otra parte, las propiedades durables de los HR fabricados con ARM también se ven afectadas debido a la mayor porosidad, fragilidad y angulosidad de las partículas cerámicas e impurezas que los componen, frente al AN [70, 88, 114]. Mas et al. [97] registraron aumentos de la profundidad media de penetración del agua bajo presión en hormigones fabricados con ARM con respecto al hormigón de referencia. Por su parte, González-Corominas and Etxeberria [93] determinaron un descenso del 20% en los valores de velocidad de ultrasonido (ultrasonic pulse velocity, UPV por sus siglas en inglés) para hormigones con 100% de sustitución de AN por ARM, así como la reducción de la resistencia a la penetración de cloruros con el aumento del porcentaje de sustitución.

Ante las evidencias de esta problemática y la necesidad de mitigar los efectos negativos de los AR en las prestaciones de los hormigones fabricados con ellos, permitiendo un mayor porcentaje de sustitución de AN, en los últimos años la comunidad científica ha centrado su esfuerzo en la propuesta y el desarrollo de diversas técnicas de mejora para aumentar y optimizar la calidad de los AR. Esta labor se ha realizado en un intento por favorecer la valorización de esta nueva tipología de áridos e incrementar las prestaciones mecánicas y durables de los hormigones reciclados, haciéndolos más competitivos [32, 37]. En concreto, se trata de procedimientos enfocados, bien a la introducción de modificaciones en el proceso de diseño, amasado y puesta en obra de los nuevos hormigones, tratando de reducir al mínimo la pérdida prestacional respecto a los hormigones ejecutados con AN; o bien, a la mejora de las propiedades de los áridos reciclados mediante su exposición a diferentes tratamientos (ver Tabla 1.3). Como se puede observar en la Tabla 1.3, la mayor parte de los procesos de mejora han sido diseñados y aplicados en ARH, existiendo escasos estudios sobre la utilización de estas técnicas en ARM.

Tabla 1.3. Técnicas de mejora de las propiedades de los áridos reciclados de RCD

Técnicas de mejora	Método	Tipo de árido reciclado estudiado
Modificaciones en el proceso de fabricación del hormigón reciclado	Diseño	Método del volumen equivalente de mortero ARH [115, 116]
		Método de combinación de los áridos ARH [117]
	Amasado	Método de doble mezcla AR [116, 118, 119]
		Método de triple mezcla ARH [120]
	Puesta en obra	Método de dispersión del árido grueso ARH [121]
Control de producción del AR		Protocolo de calidad óptica ARH [122]
		Selección por infrarrojos ARM [96]
Eliminación del mortero superficial		Molienda mecánica ARH [90, 123-125]
		Mejora termo-mecánica ARH [123, 124, 126, 127]
		Pre-inmersión en agua ARH [128]
		Pre-inmersión en ácido ARH [123, 125, 129-131]
Tratamiento superficial		Carbonatación ARH [125, 130, 132-142]
		Disolución de silicato sódico ARH [129, 143]
		Pasta de cemento y/o materiales puzolánicos ARH [128, 144, 145]
		Precipitación de carbonato cálcico ARH [146-149], ARM [150]
	Inmersión en polímeros ARH [91, 151]	

1.3.2.3. Polvo reciclado mixto como adición en la industria cementera

El uso de adiciones minerales (de origen natural o procedentes de algún subproceso industrial) en el cemento se encuentra regulado en la norma Europea EN 197-1 [152]: escorias de alto horno, cenizas volantes, humo de sílice y puzolanas naturales; tanto en el caso de cementos binarios (hasta un 95% de sustitución del clínker), como en mezclas

que incorporan más de un tipo de adición (hasta un 80% de sustitución del clinker). Durante las últimas décadas se está produciendo una tendencia cada vez mayor hacia la utilización de cementos Portland con adiciones: CEM II, III, IV y V; frente al uso del cemento Portland sin adiciones (Ordinary Portland Cement, OPC por sus siglas en inglés): CEM I. Cabe indicar que las mezclas de un tipo de adición de forma individual junto con el cemento se denominan mezclas binarias, mientras que las mezclas de dos o tres adiciones de forma conjunta con el cemento dan lugar a mezclas ternarias y mezclas cuaternarias, respectivamente [153]. Ante esta situación, son diversos los desechos y subproductos industriales alternativos que se están analizando en la actualidad como adiciones para la fabricación de eco-cementos con menor contenido en clinker, debido a su potencial actividad puzolánica al ser mezclados de forma conjunta con el cemento y el agua, principalmente gracias a su composición química y mineralógica.

Dirigiendo el foco hacia la fracción fina – polvo ($<0,063$ mm) de RCD, en la literatura se puede encontrar un amplio grupo de estudios en los que se evalúa la puzolanicidad [76, 154] y el uso de polvo de hormigón de RCD (RCDh) como adiciones (SCM) en cementos y morteros binarios con porcentajes de 5 – 50% de sustitución de cemento Portland (OPC) [155-159]. Al igual que ocurre con los áridos finos y gruesos reciclados de hormigón en la fabricación de hormigón reciclado (HR), el polvo de hormigón de RCD (RCDh) como adición al cemento ha atraído un mayor interés en este ámbito, al estar presente el hormigón en una alta cantidad dentro de los residuos de construcción y demolición [79]; y al caracterizarse por ser menos heterogéneos que los de naturaleza mixta. Estas investigaciones han dado lugar a que, tal y como se indicaba en la sección 1.3.2.1 de la presente Tesis Doctoral, su uso se encuentre recogido en la norma EN 197-6 [83]. Asimismo, existe una serie de estudios que versan sobre las propiedades reológicas y la calorimetría del polvo cerámico de RCD (RCDc) al ser empleado como adición en cementos [160, 161]; así como sobre su aplicación en cementos y morteros binarios en porcentajes de 10 – 50% de sustitución de OPC [157, 160, 162-165].

En lo que se refiere a la investigación sobre la evaluación del efecto que tiene el uso de polvo mixto de RCD (RCDm) como adición (SCM) en el comportamiento de nuevos eco-cementos, tanto binarios como ternarios, se puede encontrar una laguna científico-técnica, existiendo únicamente dos estudios realizados al respecto, llevados a cabo por Asensio et al. [166] y Rosales et al. [40]. En primer lugar, Asensio et al. [166] analizaron las propiedades químicas y mineralógicas, así como la morfología y la capacidad de fijar cal

(actividad puzolánica) de RCD con distinto porcentaje de material cerámico, concluyendo que los residuos mixtos con un contenido cerámico del 20% tienen una capacidad de fijar cal inferior al humo de sílice y similar a la ceniza volante. Rosales et al. [40] formularon nuevos eco-cementos binarios en los que el polvo mixto de RCD fue introducido como adición, determinando que la utilización de un porcentaje de sustitución del 20% dio lugar a un buen comportamiento mecánico y a un muy bajo calor de hidratación de los cementos fabricados.

1.3.3. Cenizas de biomasa

Las cenizas de biomasa (biomass ash, BA por sus siglas en inglés) constituyen la parte incombustible de los restos de materia orgánica (biomasa) utilizados como combustible para la quema y la obtención de energía en las plantas térmicas y eléctricas de biomasa. Por tanto, se trata de un desecho originado en este tipo de instalaciones y cuya valorización está adquiriendo una vital importancia hoy en día, debido a las altas cantidades en que es generado. El principal motivo por el que la cuantía de este tipo de residuo está experimentando un considerable aumento es el incremento en la producción de bioenergía a partir de la quema de desechos biológicos (vegetal, animal y humano) procedentes de actividades agrarias, ganaderas y municipales. Este hecho se debe, a su vez, a la urgencia con la que se está intentando disminuir la dependencia actual de la energía generada a partir de combustibles fósiles, como resultado del aumento de la presión ejercida para reducir su impacto medioambiental [167]; y como consecuencia, al sustancial incremento en el interés por la implementación de plantas de energía a partir de biomasa a nivel mundial [168], entre otras formas de obtención de energía a partir de fuentes renovables. Por ello, es asumido que para el año 2050, hasta un 33 – 50% del total de la energía consumida a nivel global pueda ser obtenida de la combustión de biomasa [169]. A raíz de esta situación, se estima que en la actualidad aproximadamente 476 millones de toneladas de cenizas procedentes de la quema de biomasa en centrales térmicas y eléctricas son generadas anualmente a escala mundial [170].

Las cenizas de biomasa se clasifican en tres grupos atendiendo a su origen [153, 171-174]: i) cenizas de biomasa procedentes de desechos agrícolas y herbáceos, como cenizas de cáscara de arroz (rice husk ash, RHA por sus siglas en inglés), cenizas de bagazo de caña de azúcar (sugarcane bagasse ash, SCBA por sus siglas en inglés), cenizas de palma de la industria del aceite de palma (palm oil fuel ash, POFA por sus siglas en inglés),

cenizas de hueso de aceituna de la industria del aceite de oliva, cenizas de hojas de bambú, cenizas de paja, cenizas de cáscara de nuez, cenizas de hojas del té y cenizas de desechos del cacao; ii) cenizas de biomasa procedentes del procesado de residuos municipales y forestales, arbóreos y de madera; y iii) cenizas de biomasa procedentes de desechos animales y humanos, tales como lodos de depuradora y aguas residuales, estiércol de elefante y residuos de la industria cárnica.

Asimismo, estas cenizas pueden ser también clasificadas en función del lugar en el que son recogidas en hornos e incineradores durante el proceso de combustión. De esta forma, las cenizas de biomasa se agrupan en cenizas de biomasa volantes (biomass fly ash, BFA por sus siglas en inglés) y cenizas de biomasa de fondo (biomass bottom ash, BBA por sus siglas en inglés), lo que las hace diferentes en propiedades y composición. Por una parte, las cenizas de biomasa volantes (BFA) se generan durante la combustión, ascendiendo a la parte superior de las chimeneas en su proceso de salida, donde son retenidas por multiciclones, filtros u otros equipos para evitar su liberación a la atmósfera [31, 175]. Estas cenizas consisten, principalmente, en óxidos de metales ligeros [173]. En cambio, las cenizas de biomasa de fondo (BBA) representan la parte no combustible del residuo que queda depositada en las parrillas de la primera cámara de combustión de las calderas [175, 176]. En ellas se pueden encontrar impurezas tales como arena, piedra y polvo; así como restos de contenido en materia orgánica debido a la presencia de trazas de biomasa sin quemar [31, 169, 176]. Asimismo, las BBA se caracterizan por ser partículas pesadas que a menudo se disponen en forma de pasta poco densa [173].

1.3.3.1. Valorización de las cenizas de biomasa

En la actualidad, las cenizas de biomasa resultantes de los procesos de combustión para la obtención de energía térmica y eléctrica, que tienen lugar en las instalaciones de las plantas de biomasa, constituyen residuos que, o bien son depositados en vertederos habilitados para su retirada, reciclados en tareas agrícolas y forestales, o desechados sin ninguna forma de control [177]. Adicionalmente, es necesario tener en cuenta que las cenizas obtenidas en cualquier proceso industrial se caracterizan por ser un material polvoriento que cuando es retirado de forma descontrolada puede afectar a la contaminación de aguas y suelos adyacentes, así como derivar en problemas de salud en la ciudadanía. Por el anterior motivo, junto al alto interés político, económico y social en

torno al desarrollo sostenible y la economía circular, la valorización de estos residuos supone una cuestión esencial en estos momentos.

Algunas cenizas de biomasa se caracterizan por estar constituidas principalmente por sílice, alúmina y óxido férrico; composición química similar a la mostrada por las SCMs normalizadas y que las dotan, junto a su composición mineralógica, de una actividad puzolánica. Esta cualidad hace que estas cenizas de biomasa sean susceptibles de ser reutilizadas como adición (SCM) en la industria cementera. Cuando las cenizas de biomasa son valorizadas como adición (SCM), su grado de reactividad y actividad puzolánica depende de su composición química y mineralógica, grado de cristalinidad y superficie específica; las cuales dependen, a su vez, de la naturaleza de la biomasa utilizada en el proceso industrial (agrícola, herbácea o forestal, principalmente), la tecnología de combustión, que puede ser de lecho fijo o fluido (fixed bed/fluidised bed, por su terminología en inglés), la temperatura de quemado, el tiempo de incineración y el lugar en el que son recogidas (filtros, filtros de mangas, parrillas o calderas de combustión) [174-179].

1.3.3.2. Cenizas de biomasa de fondo en la industria cementera

En general, en cuanto a la reutilización de las cenizas de biomasa como adición en la industria cementera, la literatura existente hasta el momento actual indica que la comunidad científica ha mostrado un interés más elevado por la evaluación de las cenizas de biomasa volantes (BFA) frente a las cenizas de biomasa de fondo (BBA) debido, fundamentalmente, a sus propiedades intrínsecas. A pesar de que la investigación que versa sobre la aplicación de las cenizas de biomasa de fondo (BBA) procedentes de plantas de biomasa en este ámbito es más reducida, es posible encontrar estudios como el realizado por Sáez del Bosque et al. [180], que evaluaron el efecto de la incorporación de 20% en peso de cenizas de biomasa de fondo (BBA) procedentes de plantas de biomasa en la estructura de los silicatos cálcicos hidratados (C-S-H) formados durante la hidratación de los nuevos eco-cementos, señalando que las pastas fabricadas únicamente con cemento Portland (OPC) y las fabricadas con la mezcla de cemento Portland y cenizas de biomasa de fondo (OPC-BBA) mostraron similares niveles de hidratación; así como confirmaron la existencia de actividad puzolánica con motivo de la reducción en las pastas del contenido de portlandita (CH), Ca(OH)_2 , y el aumento del contenido de silicatos cálcicos hidratados (gel C-S-H). Medina et al. [31] establecieron que los morteros

fabricados con 10% o bien 20% de sustitución de OPC por BBA procedentes de la quema de residuos agrícolas y/o forestales experimentaron una disminución en las propiedades mecánicas, particularmente a temprana edad, mayor para los porcentajes de sustitución más elevados; mientras que un aumento de las propiedades mecánicas por encima de las obtenidas para el mortero de referencia con cemento Portland (OPC) fue registrado a la edad de 365 días, debido a la actividad puzolánica de las adiciones con el tiempo de curado. Asimismo, Medina et al. [181] observaron que los nuevos eco-cementos fabricados con 10% o 20% de sustitución de OPC por BBA cumplían con los requisitos establecidos en la norma europea EN 197-1 para cementos de tipología CEM II/A; y que la inclusión de las adiciones redujo el tamaño medio de poro relativo al obtenido para el mortero fabricado con OPC, con mayor intensidad en el caso de utilizar el porcentaje de reemplazo superior. Rosales et al. [182] determinaron que, aunque la utilización de BBA dio lugar a una reducción del comportamiento mecánico de los nuevos cementos analizados, estas disminuciones obtenidas para las resistencias a flexión y compresión se veían aminoradas con el uso previo de tratamientos como molienda, eliminación de partículas ligeras y combustión extra; para morteros incorporando porcentajes de sustitución del cemento de referencia de 20% y 38.5% en volumen. Finalmente, Rosales et al. [40], Maschio et al. [183] y Farinha et al. [184] pusieron de manifiesto que no fueron significativos los descensos obtenidos en los valores de resistencia a compresión de los morteros que contenían porcentajes de sustitución de 10% en volumen de OPC por BBA procedentes de residuos agrícolas, tratadas mediante lavado y calcinación a la edad de 90 días; 5% en peso de OPC por BBA procedentes de residuos agroforestales a la edad de 28 días, o 5% y 10% en volumen de OPC por BBA procedentes de residuos forestales a los 28 días, respectivamente.

1.3.4. Valorización conjunta de polvo reciclado mixto y cenizas de biomasa de fondo como adición en la industria cementera

En líneas generales, en el campo científico de los estudios desarrollados sobre la búsqueda de adiciones alternativas en la fabricación del cemento, o SCM, procedentes de desechos o subproductos industriales no contemplados en la norma europea EN 197-1 [152], existe un mayor número de investigaciones que versan sobre la evaluación del uso de un solo tipo de adición como sustitución de un determinado porcentaje del clínker; al centrarse la mayoría de las investigaciones existentes en el análisis de cementos binarios.

En la actualidad, evaluar el comportamiento de la incorporación de dos o más adiciones se ha convertido en una necesidad debido a las ventajas del empleo de cementos ternarios y cuaternarios, que residen principalmente en: i) potenciar el efecto sinérgico entre las adiciones, lo que permitiría compensar las limitaciones que presentan cuando son empleadas individualmente [185]; y ii) alcanzar un mayor porcentaje de reducción del clínker. El conocimiento sobre cementos ternarios y cuaternarios hasta el momento, se centra en:

- i) combinaciones de SCM normalizadas que recoge la norma europea EN 197-1 [152] (cenizas volantes – humo de sílice, cenizas volantes – escorias siderúrgicas de alto horno, y escorias siderúrgicas de alto – humo de sílice);
- ii) el estudio de nuevas mezclas ternarias y cuaternarias de adiciones normalizadas para la fabricación de cementos con más de un tipo de SCM [185-187];
- iii) la investigación sobre las prestaciones de nuevos cementos ternarios que incorporan en su composición alguna SCM tradicional junto a otro tipo de residuo o subproducto industrial no recogido en la normativa [188-194]; y
- iv) la formulación de cementos con bajo contenido en clínker en base a residuos o subproductos industriales no incluidos en la normativa, como cenizas de bagazo de caña de azúcar y cenizas procedentes del cultivo de arroz [168, 195]; cenizas de bagazo de caña de azúcar y cenizas de biomasa de fondo procedentes de plantas de biomasa [196]; polvo de hormigón reciclado de RCD y residuo de vidrio laminado [76, 197]; y por último, polvo de hormigón reciclado de RCD y polvo cerámico reciclado de RCD [157].

En este contexto, existe una laguna científico-técnica sobre el uso simultáneo de BBA procedentes de residuos agrícolas/forestales o polvo mixto reciclado de RCD junto con otros tipos de SCM para la fabricación de cementos ternarios con reducida huella ambiental, siendo aún limitado el conocimiento sobre esta cuestión. El único estudio que se puede encontrar en la literatura sobre la incorporación conjunta de ambos residuos en cementos ternarios es el realizado por Rosales et al. [40], de acuerdo con el cual, el empleo de porcentajes de sustitución del 30% en volumen de BBA procedentes de la recogida de la aceituna y polvo mixto reciclado de RCD mezclados de forma conjunta en diferentes combinaciones dio lugar a un aumento de la resistencia a compresión de los morteros

ternarios de 5,5 – 10,6% y 20,9 – 26,8% frente a los cementos binarios que incluían porcentajes de sustitución del 10% y el 30% de OPC por BBA, respectivamente.

1.4. Coherencia e importancia unitaria de la Tesis Doctoral

La presente Tesis Doctoral se encuentra alineada directamente con el contexto actual de desarrollo sostenible descrito en la sección 1.2.1, así como con las nuevas necesidades estratégicas del sector de la construcción. La presente investigación representa un gran avance en la búsqueda de nuevos materiales secundarios reciclados (ARM, RCDm y BBA) que podrían reemplazar parcial o totalmente las materias primas tradicionales, procedentes de fuentes agotables, para la formulación y fabricación de eco-cementos, eco-morteros y hormigones reciclados con reducida huella ambiental.

La problemática medioambiental a la que se enfrenta en este momento la industria cementera y del hormigón reside en su efecto sobre el actual cambio climático asociado, fundamentalmente, con la extracción masiva y la explotación del entorno natural, el consumo de energía eléctrica y energía procedente de la quema de combustibles fósiles, las emisiones de gases de efecto invernadero a la atmósfera, en especial CO₂, y el vertido tanto controlado como descontrolado de residuos.

En este escenario, la presente Tesis Doctoral aborda la investigación de una línea estratégica para descarbonizar el sector de la construcción a través de la formulación de innovadores eco-materiales de base cemento con menor intensidad de recursos naturales, a través de un menor contenido en clínker o un menor contenido en áridos naturales. Asimismo, cabe indicar que la implantación de cualquier material alternativo dentro del ámbito del sector de la construcción requiere la existencia de una investigación previa y consolidada sobre sus prestaciones mecánicas y durables a lo largo de su vida útil, lo que conlleva la necesidad de un mayor conocimiento científico y tecnológico de su utilización y su respuesta ante el entorno al que pudiera encontrarse expuesto.

Las soluciones planteadas por la Tesis Doctoral como alternativas frente a los retos a los que se enfrenta la industria cementera y del hormigón tienen como nexo de unión la valorización, en el marco de la economía verde y circular, de dos subproductos industriales (residuos de construcción y demolición mixtos y cenizas de biomasa de fondo).

La importancia y el carácter innovador de las investigaciones abordadas en la Tesis Doctoral a lo largo de su desarrollo se fundamentan, principalmente, en:

1. valorización de dos tipos de residuos: las cenizas de biomasa de fondo procedentes de desechos herbáceos y forestales, y los residuos mixtos de construcción y demolición. Estos residuos son generados en altas cantidades en la actualidad a escala global, y en particular, en España y en la Comunidad de Extremadura. Hasta el momento, estos residuos no tienen aplicación industrial, ni se encuentra contemplada en la normativa su reutilización para la producción de nuevos eco-materiales de base cemento con reducida huella ambiental.
2. evaluación, por primera vez, de las propiedades de los áridos reciclados mixtos gruesos optimizados procedentes de residuos de construcción y demolición de la Comunidad de Extremadura, tratados superficialmente con polímeros bajo diferentes condiciones de concentración de la disolución, tiempo de inmersión del árido en la disolución y método de secado; así como el análisis de las propiedades mecánicas y durables de los hormigones reciclados fabricados con ellos.
3. la caracterización y la evaluación del posible uso como adición en eco-cementos y eco-morteros, por primera vez, de dos residuos: cenizas de biomasa de fondo procedentes de desechos herbáceos y forestales, y polvo reciclado mixto de residuos de construcción y demolición, procedentes de dos instalaciones de la Comunidad de Extremadura; así como la caracterización física y mecánica de los eco-cementos/eco-morteros binarios fabricados con ellos, en porcentajes de sustitución de 5%, 10% 15 y 20%.

Para concluir, cabe mencionar que, en definitiva, el interés común en el que se basan las soluciones innovadoras propuestas en la presente Tesis Doctoral es proporcionar mayor eficacia y sostenibilidad al sector de la construcción, reemplazando el concepto tradicional de economía lineal por un modelo de economía circular, en el que se mantiene el valor añadido de los productos el mayor tiempo posible y se excluye su eliminación al final de su ciclo de vida.

1.5. Descripción de las publicaciones

A continuación, se muestran los principales datos de los artículos científicos que componen esta Tesis Doctoral por compendio de publicaciones, incluyendo el título, los

autores, la revista, el indicador de calidad Factor de Impacto, las ideas principales y el resumen de cada uno de ellos.

1.5.1. Propiedades de los hormigones reciclados fabricados con árido reciclado mixto procedente de RCD tratado superficialmente con polímeros

- i) Título: Properties of concretes bearing mixed recycled aggregate with polymer-modified surfaces
- ii) Autores: **P. Velardo**, I. F. Sáez del Bosque, A. Matías, M. I. Sánchez de Rojas, C. Medina
- iii) Revista: Journal of Building Engineering
- iv) Factor de impacto (2021): 7,144
- v) Categoría y cuartil: Construction & Building Technology (Q1); Engineering, Civil (Q1)
- vi) Ideas principales:
 - El efecto de un tratamiento superficial mediante inmersión en polímeros fue estudiado sobre árido reciclado mixto
 - Las condiciones óptimas del tratamiento fueron 20% de concentración de la disolución y 60 minutos de inmersión con secado en estufa o al aire
 - El tratamiento mediante polímeros apenas tuvo efecto en las propiedades mecánicas del hormigón fabricado con el árido reciclado mixto estudiado
 - El parámetro de control de la calidad del hormigón «velocidad de ultrasonidos» determinó que se trata de hormigones de excelente calidad (>4500 m/s)
 - La aplicación del tratamiento permitió reducir los valores de penetración de agua bajo presión por debajo de los del hormigón patrón

vii) Resumen:

El creciente interés por la conservación del medio natural en términos socio-económicos supone un desafío para las actividades que mayor impacto ambiental generan. En la industria de la construcción, la utilización eficiente de áridos reciclados procedentes de residuos de construcción y demolición (RCD) a la hora de fabricar hormigón estructural

contribuye a la creación de un flujo sostenible de materiales en una economía circular. Dentro del conjunto de estos áridos, los áridos reciclados mixtos (ARM) procedentes de RCD constituyen un elevado porcentaje del total. El principal obstáculo para su empleo es la reducción de la calidad que generalmente presentan estos áridos y su influencia en las prestaciones de los nuevos hormigones. Con motivo de estas limitaciones, el presente estudio evalúa la posibilidad de aplicar un tratamiento superficial mediante inmersión en polímeros para mejorar las propiedades físicas y mecánicas del árido reciclado mixto utilizado, estableciendo las condiciones óptimas de concentración de la disolución, tiempo de inmersión y método de secado. Igualmente, se describe su efecto en las propiedades en estado fresco (consistencia), prestaciones mecánicas (compresión y tracción) y permeabilidad al agua de los nuevos hormigones reciclados fabricados con los áridos reciclados mixtos incorporados en un porcentaje de sustitución del 100%. La aplicación del tratamiento permitió reducir el coeficiente de absorción de agua y el coeficiente de Los Ángeles para los áridos reciclados mixtos. En cuanto a los hormigones fabricados con ellos, los resultados mostraron que el tratamiento mediante polímeros apenas tuvo efecto en las propiedades mecánicas, mientras que la durabilidad se vio afectada por una significativa mejora prestacional.

1.5.2. Durabilidad del hormigón reciclado fabricado con árido reciclado mixto procedente de residuos de construcción y demolición tratado superficialmente con polímeros

- i) *Título*: Durability of concrete bearing polymer-treated mixed recycled aggregate
- ii) *Autores*: **P. Velardo**, I. F. Sáez del Bosque, M. I. Sánchez de Rojas, N. De Belie, C. Medina
- iii) *Revista*: Construction and Building Materials
- iv) *Factor de impacto* (2022): 7,4
- v) *Categoría y cuartil*: Construction & Building Technology (Q1); Engineering, Civil (Q1); Materials Science, Multidisciplinary (Q1)
- vi) *Ideas principales*:
 - El tratamiento superficial con polímeros de los áridos reciclados mixtos fue utilizado

- Las propiedades durables de los hormigones reciclados fabricados con áridos reciclados mixtos tratados fueron evaluadas
- Los hormigones con áridos reciclados mixtos tratados con secado al aire presentaron mejores resultados
- El tratamiento introdujo mejoras en la microestructura y la porosidad de los hormigones
- La calidad de los nuevos hormigones se ajustó a la de un hormigón durable

vii) *Resumen:*

El empleo de áridos reciclados en la producción de nuevos hormigones constituye un tema de especial interés dentro de la industria de la construcción debido a la creciente demanda actual de materiales más sostenibles. El principal inconveniente de esta práctica reside en la peor calidad de los áridos reciclados frente a los áridos naturales utilizados en el hormigón convencional, resultando en la disminución de la calidad de los hormigones reciclados y, fundamentalmente, de sus prestaciones durables. Para paliar estos efectos negativos, recientemente se han desarrollado diversas técnicas de mejora de las propiedades de los áridos reciclados. En este estudio se evaluó por primera vez el efecto que tiene el tratamiento superficial con polímeros de áridos reciclados mixtos (ARM), al 20% de concentración durante 60 minutos y con secado en estufa o al aire, en las propiedades durables del transporte de agua (permeabilidad al agua bajo presión, absorción total de agua por inmersión y capacidad de absorción capilar), la penetración de cloruros, la permeabilidad al aire, la microestructura y la porosidad de los hormigones reciclados fabricados con ellos. Como resultado, la densidad en estado fresco y el aire ocluido de los hormigones reciclados no experimentaron cambios significativos con respecto al hormigón de referencia, sin áridos reciclados; al igual que ocurrió en el caso del efecto del tratamiento de los áridos reciclados mixtos sobre la resistencia a compresión. Sin embargo, se obtuvieron mejoras de la durabilidad de los hormigones reciclados, mayores en el caso de la utilización de áridos reciclados mixtos (ARM) con secado al aire frente al secado en estufa, con reducciones de la permeabilidad al agua, la sorptividad, la permeabilidad al oxígeno, la penetración de cloruros y la porosidad total del 64,4%, el 16,8%, el 57,9%, el 28,4% y el 11,2% con respecto al hormigón de referencia.

1.5.3. Diseño y evaluación de las propiedades físicas, mecánicas y microestructurales de los eco-cementos binarios incluyendo cenizas de biomasa de fondo o polvo reciclado mixto de residuos de construcción y demolición

- i) Título: Design and evaluation of physical, mechanical and micro-structural properties of eco-friendly binary-blended mortars using biomass bottom ash or construction and demolition waste powder
- ii) Autores: **P. Velardo**, I. F. Sáez del Bosque, M. I. Sánchez de Rojas, N. De Belie, C. Medina
- iii) Revista: Cement and Concrete Composites
- iv) Factor de impacto (2022): 10,5
- v) Categoría y cuartil: Construction & Building Technology (Q1); Materials Science, Composites (Q1)
- vi) Ideas principales:
 - El uso de cenizas de biomasa de fondo (BBA) y de polvo reciclado mixto de residuos de construcción y demolición (RCDm) fue estudiado en cementos binarios
 - Las pastas binarias cumplen los requisitos de tiempo de inicio de fraguado y estabilidad de volumen establecidos en la normativa
 - La utilización de estos residuos en la fabricación de morteros de cemento binarios no tiene un efecto adverso sobre la trabajabilidad
 - Los morteros de cemento fabricados con cenizas de biomasa de fondo (BBA) registraron un mejor comportamiento mecánico debido a su mayor puzolanidad
 - La porosidad y la resistencia a compresión mostraron una relación lineal
- vii) Resumen:

En las últimas décadas se ha incrementado considerablemente la producción de residuos procedentes de las plantas de biomasa, así como de la construcción y la demolición de edificios y obras de ingeniería civil. Además, se prevee que este crecimiento vaya en aumento en los años venideros, con el consecuente impacto en la naturaleza que los vertidos de estos desechos provocan. La posibilidad de utilizar adiciones (supplementary

Cementitious Materials, SCM por su terminología en inglés) en la fabricación de cementos constituye una aplicación de suma importancia frente a este problema. Esta herramienta sería estratégica para la disminución de la emisión de gases de efecto invernadero a la atmósfera, en especial CO₂, asociados a la fabricación de cemento. En este estudio se evaluó la viabilidad de la incorporación de 5%, 10%, 15% y 20% de cenizas de biomasa de fondo (BBA) y polvo mixto reciclado procedente de residuos de construcción y demolición (RCDm) en eco-cementos binarios. Para ello, se llevó a cabo la caracterización química, física y mineralógica de los residuos; así como una caracterización física, mecánica y microestructural de las pastas y los morteros fabricados con ellos. Los resultados mostraron que los nuevos eco-cementos con BBA o RCDm cumplen los requisitos normativos de tiempo de inicio de fraguado, estabilidad de volumen y resistencia nominal; además de que su incorporación no produce un efecto adverso en la trabajabilidad de los morteros. Asimismo, los morteros fabricados con BBA desarrollaron mayor resistencia a compresión y presentaron menor porosidad a larga edad que el mortero de referencia y los morteros fabricados con RCDm. Por último, los nuevos eco-cementos fabricados con porcentajes de sustitución del 15% y 20% por BBA cumplen los requisitos establecidos en la norma europea EN 197-1 para ser clasificados como cementos CEM IV/A, haciéndolos aptos para su uso en construcción.

1.6. Referencias bibliográficas

- [1] CEMBUREAU, The European Cement Association. Key Facts and Figures. World cement production in 2022, in, 2023.
- [2] Oficemen, Agrupación de fabricantes de cemento de España. El consumo de cemento en 2022, in, 2023.
- [3] Agrupación de fabricantes de cemento de España, Hoja de ruta de la industria cementera española para alcanzar la neutralidad climática en 2050, in, 2020, pp. 46.
- [4] Poyatos, La evolución del hormigón: de material básico a solución innovadora, in, 2023.
- [5] Asamblea General de las Naciones Unidas, Transformar nuestro mundo: la Agenda 2030 para el Desarrollo Sostenible in: O.d.I.N.U. (ONU) (Ed.), 2015, pp. 40.
- [6] Organización de las Naciones Unidas, Objetivos de Desarrollo Sostenible, in, 2015.

- [7] Organización de las Naciones Unidas, Acuerdo de París, in: C.M.d.I.N.U.p.e.C. Climático (Ed.), 2015, pp. 27.
- [8] Comisión Europea, El Pacto Verde Europeo, in, Bruselas, 2019, pp. 28.
- [9] Oficina Nacional de Prospectiva y Estrategia del Gobierno de España, España 2050: Fundamentos y propuestas para una Estrategia Nacional de Largo Plazo, in, Ministerio de la Presidencia, Madrid, 2021, pp. 675.
- [10] M. Vázquez Espí, A propósito del 'desarrollo sostenible' y el alojamiento, in: Arquitectura del siglo XXI: más allá de Kioto, Madrid, 2006, pp. 271-280.
- [11] D.W. Pearce, A. Markandya, E.B. Barbier, Blueprint for a Green Economy, in, 1989, pp. 547.
- [12] UNEP, Towards a green economy. Pathways to Sustainable Development and Poverty Eradication - A Synthesis for Policy Makers, in, 2011, pp. 44.
- [13] OECD, Towards green growth: a summary for policy makers, in, 2011, pp. 24.
- [14] G.H. Brundtland, OUR COMMON FUTURE - CALL FOR ACTION, *Environmental Conservation*, **14** (1987) 291-294.
- [15] W. McDonough, M. Braungart, The Hannover Principles: Design for Sustainability, Charlottesville, 1992.
- [16] W. McDonough, M. Braungart, Cradle to Cradle: Remaking the Way We Make Things, First edition ed., 2002.
- [17] Ellen Macarthur Foundation, The butterfly diagram: visualising the circular economy, in, 2019.
- [18] Comisión Europea, Cerrar el círculo: un plan de acción de la UE para la economía circular, in, Bruselas, 2015, pp. 24.
- [19] Junta de Extremadura, Estrategia de economía verde y circular Extremadura 2030, in, 2017, pp. 330.
- [20] Comisión Europea, Nuevo Plan de acción para la economía circular por una Europa más limpia y más competitiva, in, Bruselas, 2020, pp. 22.

- [21] Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico, Economía Circular en la Unión Europea, in, 2023.
- [22] EUROSTAT, Sustainable development in the European Union. Monitoring report on progress towards the SDGs in an EU context, in, European Union, Luxembourg, 2022.
- [23] Gobierno de España, España Circular 2030. Estrategia Española de Economía Circular, in: M.p.l.T.E.y.e.R.D. (MITECO) (Ed.), 2020, pp. 64.
- [24] G.d. España, I Plan de Acción de Economía Circular 2021-2023. Estrategia Española de Economía Circular, in: M.p.l.T.E.y.e.R.D. (MITECO) (Ed.), 2020, pp. 73.
- [25] Circle Economy, The Circularity Gap Report 2023, in, 2023, pp. 75.
- [26] J. Korhonen, A. Honkasalo, J. Seppala, Circular Economy: The Concept and its Limitations, *Ecological Economics*, **143** (2018) 37-46.
- [27] S. Geisendorf, F. Pietrulla, The circular economy and circular economic concepts - a literature analysis and redefinition, *Thunderbird International Business Review*, **60** (2018) 771-782.
- [28] G. Hondroyiannis, E. Sardianou, V. Nikou, K. Evangelinos, I. Nikolaou, Circular economy and macroeconomic performance: Evidence across 28 European countries, *Ecological Economics*, **215** (2024).
- [29] M. Lieder, A. Rashid, Towards circular economy implementation: a comprehensive review in context of manufacturing industry, *Journal of Cleaner Production*, **115** (2016) 36-51.
- [30] Circle Economy Foundation, Impact Report 2023, in, 2023, pp. 35.
- [31] J.M. Medina, I.F. Saez del Bosque, M. Frias, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Design and properties of eco-friendly binary mortars containing ash from biomass-fuelled power plants, *Cement & Concrete Composites*, **104** (2019).
- [32] C. Shi, Y. Li, J. Zhang, W. Li, L. Chong, Z. Xie, Performance enhancement of recycled concrete aggregate - A review, *Journal of Cleaner Production*, **112** (2016) 466-472.
- [33] ANEFA, Consumo de áridos, in, 2023, pp. Estadísticas.

- [34] Jefatura del Estado, Ley 22/1973, de 21 de julio, de minas, in, BOE-A-1973-1018 núm. 176, 1973.
- [35] Jefatura del Estado, Ley 21/2013, de 9 de diciembre, de evaluación ambiental, in, BOE-A-2013-12913 núm 296, 2013.
- [36] Ministerio de Obras Públicas y Urbanismo, Real Decreto 849/1986, de 11 de abril, por el que se aprueba el Reglamento del Dominio Público Hidráulico, que desarrolla los títulos preliminar I, IV, V, VI y VII de la Ley 29/1985, de 2 de agosto, de Aguas., in, BOE-A-1986-10638 núm 103, 1986.
- [37] K.P. Verian, W. Ashraf, Y. Cao, Properties of recycled concrete aggregate and their influence in new concrete production, *Resources, Conservation and Recycling*, **133** (2018) 30-49.
- [38] B. Afkhami, B. Akbarian, A.N. Beheshti, A.H. Kakaee, B. Shabani, Energy consumption assessment in a cement production plant, *Sustainable Energy Technologies and Assessments*, **10** (2015) 84-89.
- [39] N.A. Madlool, R. Saidur, N.A. Rahim, M. Kamalisarvestani, An overview of energy savings measures for cement industries, *Renewable & Sustainable Energy Reviews*, **19** (2013) 18-29.
- [40] M. Rosales, J. Rosales, F. Agrela, M.I. Sánchez de Rojas, M. Cabrera, Design of a new eco-hybrid cement for concrete pavement, made with processed mixed recycled aggregates and olive biomass bottom ash as supplementary cement materials, *Construction and Building Materials*, **358** (2022) 129417.
- [41] A. Mokhtar, M. Nasooti, A decision support tool for cement industry to select energy efficiency measures, *Energy Strategy Reviews*, **28** (2020).
- [42] E. De Lena, B. Arias, M.C. Romano, J.C. Abanades, Integrated Calcium Looping System with Circulating Fluidized Bed Reactors for Low CO₂ Emission Cement Plants, *International Journal of Greenhouse Gas Control*, **114** (2022).
- [43] Ministerio de Transición Ecológica, Sistema Español de Inventario de Emisiones. Fabricación de cemento (combustión), in, 2023, pp. 24.
- [44] European Union, CEMBUREAU: Cementing Europe's Future, in, 2023.

- [45] CEMBUREAU, Cementing the European Green Deal, in, 2020, pp. 36.
- [46] Oficemen, Hoja de ruta de la industria cementera española para alcanzar la neutralidad climática en 2050, in, Agrupación de fabricantes de cemento de España, 2020, pp. 46.
- [47] Oficemen, Guía de métodos de medición y factores de emisión para el sector del cemento en España, Agrupación de fabricantes de cemento de España, 2021.
- [48] UEPG, Roadmap for Climate Neutrality in the Aggregates Industry 2050, in, Aggregates Europe, Brussels, 2023, pp. 53.
- [49] Jefatura del Estado, Ley 7/2022, de 8 de abril, de residuos y suelos contaminados para una economía circular, in, 2022, pp. 136.
- [50] Comisión Europea, Decisión de la Comisión, de 18 de diciembre de 2014, por la que se modifica la Decisión 2000/532/CE, sobre la lista de residuos, de conformidad con la Directiva 2008/98/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, in, Diario Oficial de la Unión Europea, 2014, pp. 44-86.
- [51] Parlamento Europeo y Consejo de la Unión Europea, Directiva (UE) 2018/851 del Parlamento Europeo y del Consejo de 30 de mayo de 2018 por la que se modifica la Directiva 2008/98/CE sobre los residuos, in, Diario Oficial de la Unión Europea, 2018, pp. 109-140.
- [52] Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico, Versión inicial del Plan Estatal Marco de Gestión de Residuos (PEMAR) 2023-2035, in, BOE, Madrid, 2023, pp. 238.
- [53] Consejería para la Transición Ecológica y Sostenibilidad, Versión inicial del Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2023-2030 in: J.d. Extremadura (Ed.), 2022, pp. 237.
- [54] Parlamento Europeo y Consejo de la Unión Europea, Directiva (UE) 2018/850 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 30 de mayo de 2018, por la que se modifica la Directiva 1999/31/CE relativa al vertido de residuos, in, Diario Oficial de la Unión Europea, 2018, pp. 100-108.
- [55] Ministerio de Agricultura Alimentación y Medio Ambiente, Plan Estatal Marco Gestión de Residuos 2016-2022 (PEMAR), in, 2016, pp. 192.

[56] Junta de Extremadura, Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2016-2022, in, 2016, pp. 143.

[57] Director General de Sostenibilidad, Anuncio de 30 de septiembre de 2022 por el que se somete a información pública la versión inicial del Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2023-2030 y su estudio ambiental estratégico, in, Diario Oficial de Extremadura, 2022, pp. 1.

[58] G.y.D.S. Consejería de Agricultura, Resolución de 27 de diciembre de 2023, de la Secretaría General de Desarrollo Sostenible, Coordinación y Planificación Hídrica, por la que se formula la declaración ambiental estratégica del Plan Integrado de Residuos de Extremadura (PIREX) 2023-2030, in, Diario Oficial de Extremadura, 2024, pp. 372-425.

[59] Ministerio de la Presidencia, Real Decreto 105/2008, de 1 de febrero, por el que se regula la producción y gestión de residuos de construcción y demolición, in, Boletín Oficial del Estado núm. 38, 2008, pp. 7.

[60] Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico, Real Decreto 646/2020, de 7 de julio, por el que se regula la eliminación de residuos mediante depósito en vertedero, in, Boletín Oficial del Estado núm. 187, 2020, pp. 63.

[61] EUROSTAT, Waste generation by economic activities and households, in, 2022.

[62] Interreg Europe, Collection and recycling of construction and demolition waste, in, 2022.

[63] F. Agrela, M. Sánchez de Juan, J. Ayuso, V.L. Geraldes, J.R. Jiménez, Limiting properties in the characterisation of mixed recycled aggregates for use in the manufacture of concrete, *Construction and Building Materials*, **25** (2011) 3950-3955.

[64] E.F. Ledesma, J.R. Jimenez, J.M. Fernandez, A.P. Galvin, F. Agrela, A. Barbudo, Properties of masonry mortars manufactured with fine recycled concrete aggregates, *Construction and Building Materials*, **71** (2014) 289-298.

[65] V. Corinaldesi, G. Moriconi, Behaviour of cementitious mortars containing different kinds of recycled aggregate, *Construction and Building Materials*, **23** (2009) 289-294.

[66] V. Corinaldesi, Mechanical behavior of masonry assemblages manufactured with recycled-aggregate mortars, *Cement & Concrete Composites*, **31** (2009) 505-510.

- [67] S. Kox, G. Vanroelen, J. Van Herck, H. de Krem, B. Vandoren, Experimental evaluation of the high-grade properties of recycled concrete aggregates and their application in concrete road pavement construction, *Case Studies in Construction Materials*, **11** (2019).
- [68] H. Zhao, W.C. Yang, Y. Ge, P.H. Liu, D.C. Zhang, Effect of Recycled Aggregate on the Properties of Road Base Materials, *Proceedings of the Sixth International Conference on Transportation Engineering (Icte 2019)*, (2019) 796-802.
- [69] T. Yilmaz, B. Ercikdi, H. Deveci, Utilisation of construction and demolition waste as cemented paste backfill material for underground mine openings, *Journal of Environmental Management*, **222** (2018) 250-259.
- [70] C. Medina, W. Zhu, T. Howind, M. Frías, M.I. Sánchez de Rojas, Effect of the constituents (asphalt, clay materials, floating particles and fines) of construction and demolition waste on the properties of recycled concretes, *Construction and Building Materials*, **79** (2015) 22-33.
- [71] C. Medina, W. Zhu, T. Howind, M.I. Sánchez de Rojas, M. Frías, Influence of mixed recycled aggregate on the physical – mechanical properties of recycled concrete, *Journal of Cleaner Production*, **68** (2014) 216-225.
- [72] C. Zheng, C. Lou, G. Du, X. Li, Z. Liu, L. Li, Mechanical properties of recycled concrete with demolished waste concrete aggregate and clay brick aggregate, *Results in Physics*, **9** (2018) 1317-1322.
- [73] M. Contreras, S.R. Teixeira, M.C. Lucas, L.C.N. Lima, D.S.L. Cardoso, G.A.C. da Silva, G.C. Gregorio, A.E. de Souza, A. dos Santos, Recycling of construction and demolition waste for producing new construction material (Brazil case-study), *Construction and Building Materials*, **123** (2016) 594-600.
- [74] H. Krour, R. Trauchessec, A. Lecomte, C. Diliberto, L. Barnes-Davin, B. Bolze, A. Delhay, Incorporation rate of recycled aggregates in cement raw meals, *Construction and Building Materials*, **248** (2020).
- [75] H. Zhang, C. Zhang, B. He, S. Yi, L. Tang, Recycling fine powder collected from construction and demolition wastes as partial alternatives to cement: A comprehensive analysis on effects, mechanism, cost and CO₂ emission, *Journal of Building Engineering*, **71** (2023).

- [76] R.V.d.l.V. Mencia, M.F. Rojas, S. Martínez-Ramírez, L. Fernández-Carrasco, E.V. Cocina, R. García-Giménez, Reactivity of Binary Construction and Demolition Waste Mix as Supplementary Cementitious Materials, *Materials*, **14** (2021).
- [77] M.U. Hossain, C.S. Poon, I.M.C. Lo, J.C.P. Cheng, Comparative environmental evaluation of aggregate production from recycled waste materials and virgin sources by LCA, *Resources Conservation and Recycling*, **109** (2016) 67-77.
- [78] C. Medina, E. Asensio, M. Frías, M.I. Sánchez de Rojas, Valorización de los residuos de la construcción y demolición como árido grueso reciclado en la fabricación de hormigones, in: *Cemento Hormigón*, 2014.
- [79] A. Kanellopoulos, D. Nicolaides, M.F. Petrou, Mechanical and durability properties of concretes containing recycled lime powder and recycled aggregates, *Construction and Building Materials*, **53** (2014) 253-259.
- [80] P. Velardo, I.F. Sáez del Bosque, M.I. Sánchez de Rojas, N. De Belie, C. Medina, Design and evaluation of physical, mechanical and micro-structural properties of eco-friendly binary-blended mortars using biomass bottom ash or construction and demolition waste powder, *Cement and Concrete Composites*, **143** (2023) 105252.
- [81] Comisión Permanente del Hormigón, Comisión Permanente de Estructuras de Acero, Código Estructural, in, 2021.
- [82] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12620. Aggregates for concrete, in, 2009.
- [83] European Committee for Standardization, European Standard. EN 197-6. Cement - Part 6: Cement with recycled building materials, in, 2023, pp. 15.
- [84] W.H. Kwan, M. Ramli, K.J. Kam, M.Z. Sulieman, Influence of the amount of recycled coarse aggregate in concrete design and durability properties, *Construction and Building Materials*, **26** (2012) 565-573.
- [85] M.J. McGinnis, M. Davis, A. de la Rosa, B.D. Weldon, Y.C. Kurama, Strength and stiffness of concrete with recycled concrete aggregates, *Construction and Building Materials*, **154** (2017) 258-269.

- [86] J. Thomas, N.N. Thaickavil, P.M. Wilson, Strength and durability of concrete containing recycled concrete aggregates, *Journal of Building Engineering*, **19** (2018) 349-365.
- [87] M. Wijayasundara, P. Mendis, R.H. Crawford, Integrated assessment of the use of recycled concrete aggregate replacing natural aggregate in structural concrete, *Journal of Cleaner Production*, **174** (2018) 591-604.
- [88] P.S. Lovato, E. Possan, D.C.C.D. Molin, Â.B. Masuero, J.L.D. Ribeiro, Modeling of mechanical properties and durability of recycled aggregate concretes, *Construction and Building Materials*, **26** (2012) 437-447.
- [89] G. Bonifazi, R. Palmieri, S. Serranti, Evaluation of attached mortar on recycled concrete aggregates by hyperspectral imaging, *Construction and Building Materials*, **169** (2018) 835-842.
- [90] G. Dimitriou, P. Savva, M.F. Petrou, Enhancing mechanical and durability properties of recycled aggregate concrete, *Construction and Building Materials*, **158** (2018) 228-235.
- [91] V. Spaeth, A. Djerbi Tegguer, Improvement of recycled concrete aggregate properties by polymer treatments, *International Journal of Sustainable Built Environment*, **2** (2013) 143-152.
- [92] Y.-N. Sheen, H.-Y. Wang, Y.-P. Juang, D.-H. Le, Assessment on the engineering properties of ready-mixed concrete using recycled aggregates, *Construction and Building Materials*, **45** (2013) 298-305.
- [93] A. Gonzalez-Corominas, M. Etxeberria, Properties of high performance concrete made with recycled fine ceramic and coarse mixed aggregates, *Construction and Building Materials*, **68** (2014) 618-626.
- [94] M.C.S. Nepomuceno, R.A.S. Isidoro, J.P.G. Catarino, Mechanical performance evaluation of concrete made with recycled ceramic coarse aggregates from industrial brick waste, *Construction and Building Materials*, **165** (2018) 284-294.
- [95] I.F. Sáez del Bosque, W. Zhu, T. Howind, A. Matías, M.I. Sánchez de Rojas, C. Medina, Properties of interfacial transition zones (ITZs) in concrete containing recycled mixed aggregate, *Cement and Concrete Composites*, **81** (2017) 25-34.

- [96] I. Vegas, K. Broos, P. Nielsen, O. Lambertz, A. Lisbona, Upgrading the quality of mixed recycled aggregates from construction and demolition waste by using near-infrared sorting technology, *Construction and Building Materials*, **75** (2015) 121-128.
- [97] B. Mas, A. Cladera, T. del Olmo, F. Pitarch, Influence of the amount of mixed recycled aggregates on the properties of concrete for non-structural use, *Construction and Building Materials*, **27** (2012) 612-622.
- [98] V. Abreu, L. Evangelista, J. de Brito, The effect of multi-recycling on the mechanical performance of coarse recycled aggregates concrete, *Construction and Building Materials*, **188** (2018) 480-489.
- [99] C. Thomas, J. Setien, J.A. Polanco, J. de Brito, F. Fiol, Micro- and macro-porosity of dry- and saturated-state recycled aggregate concrete, *Journal of Cleaner Production*, **211** (2019) 932-940.
- [100] H. Guo, C. Shi, X. Guan, J. Zhu, Y. Ding, T.-C. Ling, H. Zhang, Y. Wang, Durability of recycled aggregate concrete – A review, *Cement and Concrete Composites*, **89** (2018) 251-259.
- [101] P.H. Zhu, Y.L. Hao, H. Liu, D. Wei, S.F. Liu, L. Gu, Durability evaluation of three generations of 100% repeatedly recycled coarse aggregate concrete, *Construction and Building Materials*, **210** (2019) 442-450.
- [102] G. Andreu, E. Miren, Experimental analysis of properties of high performance recycled aggregate concrete, *Construction and Building Materials*, **52** (2014) 227-235.
- [103] A. Juan-Valdés, D. Rodríguez-Robles, J. García-González, M.I. Guerra-Romero, J.M. Morán-del Pozo, Mechanical and microstructural characterization of non-structural precast concrete made with recycled mixed ceramic aggregates from construction and demolition wastes, *Journal of Cleaner Production*, **180** (2018) 482-493.
- [104] F. Debieb, S. Kenai, The use of coarse and fine crushed bricks as aggregate in concrete, *Construction and Building Materials*, **22** (2008) 886-893.
- [105] P.O. Awoyera, J.M. Ndambuki, J.O. Akinmusuru, D.O. Omole, Characterization of ceramic waste aggregate concrete, *HBRC Journal*, **14** (2018) 282-287.

- [106] Z. Keshavarz, D. Mostofinejad, Porcelain and red ceramic wastes used as replacements for coarse aggregate in concrete, *Construction and Building Materials*, **195** (2019) 218-230.
- [107] C. Medina, M.I. Sánchez de Rojas, M. Frías, Properties of recycled ceramic aggregate concretes: Water resistance, *Cement and Concrete Composites*, **40** (2013) 21-29.
- [108] C. Medina, M.I. Sánchez de Rojas, C. Thomas, J.A. Polanco, M. Frías, Durability of recycled concrete made with recycled ceramic sanitary ware aggregate. Inter-indicator relationships, *Construction and Building Materials*, **105** (2016) 480-486.
- [109] C. Medina, M.I. Sanchez de Rojas, M. Frias, Freeze-thaw durability of recycled concrete containing ceramic aggregate, *Journal of Cleaner Production*, **40** (2013) 151-160.
- [110] C. Medina, W.Z. Zhu, T. Howind, M.I. Sanchez De Rojas, M. Frias, Influence of interfacial transition zone on engineering properties of the concrete manufactured with recycled ceramic aggregate, *Journal of Civil Engineering and Management*, **21** (2015) 83-93.
- [111] P.B. Cachim, Mechanical properties of brick aggregate concrete, *Construction and Building Materials*, **23** (2009) 1292-1297.
- [112] I. Martínez-Lage, F. Martínez-Abella, C. Vázquez-Herrero, J.L. Pérez-Ordóñez, Properties of plain concrete made with mixed recycled coarse aggregate, *Construction and Building Materials*, **37** (2012) 171-176.
- [113] H.-J. Chen, T. Yen, K.-H. Chen, Use of building rubbles as recycled aggregates, *Cement and Concrete Research*, **33** (2003) 125-132.
- [114] B. Mas, A. Cladera, J. Bestard, D. Muntaner, C.E. López, S. Piña, J. Prades, Concrete with mixed recycled aggregates: Influence of the type of cement, *Construction and Building Materials*, **34** (2012) 430-441.
- [115] A. Abbas, G. Fathifazl, O.B. Isgor, A.G. Razaqpur, B. Fournier, S. Foo, Durability of recycled aggregate concrete designed with equivalent mortar volume method, *Cement and Concrete Composites*, **31** (2009) 555-563.

- [116] N. Kisku, P. Rajhans, S.K. Panda, V. Pandey, S. Nayak, Microstructural investigation of recycled aggregate concrete produced by adopting equal mortar volume method along with two stage mixing approach, *Structures*, **24** (2020) 742-753.
- [117] N.K. Bui, T. Satomi, H. Takahashi, Improvement of mechanical properties of recycled aggregate concrete basing on a new combination method between recycled aggregate and natural aggregate, *Construction and Building Materials*, **148** (2017) 376-385.
- [118] V.W.Y. Tam, C.M. Tam, Y. Wang, Optimization on proportion for recycled aggregate in concrete using two-stage mixing approach, *Construction and Building Materials*, **21** (2007) 1928-1939.
- [119] V.W.Y. Tam, X.F. Gao, C.M. Tam, Microstructural analysis of recycled aggregate concrete produced from two-stage mixing approach, *Cement and Concrete Research*, **35** (2005) 1195-1203.
- [120] D. Kong, T. Lei, J. Zheng, C. Ma, J. Jiang, J. Jiang, Effect and mechanism of surface-coating pozzalanics materials around aggregate on properties and ITZ microstructure of recycled aggregate concrete, *Construction and Building Materials*, **24** (2010) 701-708.
- [121] G. Xu, W. Shen, B. Zhang, Y. Li, X. Ji, Y. Ye, Properties of recycled aggregate concrete prepared with scattering-filling coarse aggregate process, *Cement and Concrete Composites*, **93** (2018) 19-29.
- [122] J. Andal, M. Shehata, P. Zacarias, Properties of concrete containing recycled concrete aggregate of preserved quality, *Construction and Building Materials*, **125** (2016) 842-855.
- [123] K. Pandurangan, A. Dayanithy, S.O. Prakash, Influence of treatment methods on the bond strength of recycled aggregate concrete, *Construction and Building Materials*, **120** (2016) 212-221.
- [124] E. Pawluczuk, K. Kalinowska-Wichrowska, M. Bołtryk, J.R. Jiménez, J.M. Fernández, The influence of heat and mechanical treatment of concrete rubble on the properties of recycled aggregate concrete, *Materials*, **12** (2019).

- [125] S.M.S. Kazmi, M.J. Munir, Y.-F. Wu, I. Patnaikuni, Y. Zhou, F. Xing, Influence of different treatment methods on the mechanical behavior of recycled aggregate concrete: A comparative study, *Cement and Concrete Composites*, **104** (2019) 103398.
- [126] K. Bru, S. Touzé, F. Bourgeois, N. Lippiatt, Y. Ménard, Assessment of a microwave-assisted recycling process for the recovery of high-quality aggregates from concrete waste, *International Journal of Mineral Processing*, **126** (2014) 90-98.
- [127] A. Akbarnezhad, K.C.G. Ong, M.H. Zhang, C.T. Tam, T.W.J. Foo, Microwave-assisted beneficiation of recycled concrete aggregates, *Construction and Building Materials*, **25** (2011) 3469-3479.
- [128] A. Katz, Treatments for the Improvement of Recycled Aggregate, *Journal of Materials in Civil Engineering*, **16** (2004) 597-603.
- [129] H. Katkhuda, N. Shatarat, Shear behavior of reinforced concrete beams using treated recycled concrete aggregate, *Construction and Building Materials*, **125** (2016) 63-71.
- [130] A. Radevic, I. Despotovic, D. Zakic, M. Oreskovic, D. Jevtic, Influence of acid treatment and carbonation on the properties of recycled concrete aggregate, *Chemical Industry & Chemical Engineering Quarterly*, **24** (2018) 23-30.
- [131] V.W.Y. Tam, C.M. Tam, K.N. Le, Removal of cement mortar remains from recycled aggregate using pre-soaking approaches, *Resources, Conservation and Recycling*, **50** (2007) 82-101.
- [132] D. Xuan, B. Zhan, C.S. Poon, Durability of recycled aggregate concrete prepared with carbonated recycled concrete aggregates, *Cement and Concrete Composites*, **84** (2017) 214-221.
- [133] D. Xuan, B. Zhan, C.S. Poon, Assessment of mechanical properties of concrete incorporating carbonated recycled concrete aggregates, *Cement & Concrete Composites*, **65** (2016) 67-74.
- [134] J. Zhang, C. Shi, Y. Li, X. Pan, C.-S. Poon, Z. Xie, Influence of carbonated recycled concrete aggregate on properties of cement mortar, *Construction and Building Materials*, **98** (2015) 1-7.

- [135] M. Thiery, P. Dangla, P. Belin, G. Habert, N. Roussel, Carbonation kinetics of a bed of recycled concrete aggregates: A laboratory study on model materials, *Cement and Concrete Research*, **46** (2013) 50-65.
- [136] B. Zhan, C.S. Poon, Q. Liu, S. Kou, C. Shi, Experimental study on CO₂ curing for enhancement of recycled aggregate properties, *Construction and Building Materials*, **67** (2014) 3-7.
- [137] S.-C. Kou, B.-j. Zhan, C.-S. Poon, Use of a CO₂ curing step to improve the properties of concrete prepared with recycled aggregates, *Cement and Concrete Composites*, **45** (2014) 22-28.
- [138] J. Wang, J. Zhang, D. Cao, H. Dang, B. Ding, Comparison of recycled aggregate treatment methods on the performance for recycled concrete, *Construction and Building Materials*, **234** (2020) 117366.
- [139] B.J. Zhan, D.X. Xuan, W. Zeng, C.S. Poon, Carbonation treatment of recycled concrete aggregate: Effect on transport properties and steel corrosion of recycled aggregate concrete, *Cement and Concrete Composites*, **104** (2019) 103360.
- [140] C. Liang, H. Ma, Y. Pan, Z. Ma, Z. Duan, Z. He, Chloride permeability and the caused steel corrosion in the concrete with carbonated recycled aggregate, *Construction and Building Materials*, **218** (2019) 506-518.
- [141] C. Liang, B. Pan, Z. Ma, Z. He, Z. Duan, Utilization of CO₂ curing to enhance the properties of recycled aggregate and prepared concrete: A review, *Cement and Concrete Composites*, **105** (2020) 103446.
- [142] B. Lu, C. Shi, Z. Cao, M. Guo, J. Zheng, Effect of carbonated coarse recycled concrete aggregate on the properties and microstructure of recycled concrete, *Journal of Cleaner Production*, **233** (2019) 421-428.
- [143] H.L. Cheng, C.Y. Wang, The influence of sodium silicate on the properties of recycled aggregate, 2005.
- [144] Z. Zhao, S. Wang, L. Lu, C. Gong, Evaluation of pre-coated recycled aggregate for concrete and mortar, *Construction and Building Materials*, **43** (2013) 191-196.

- [145] N.K. Bui, T. Satomi, H. Takahashi, Enhancement of recycled aggregate concrete properties by a new treatment method, *International Journal of Geomate*, **14** (2018) 68-76.
- [146] J. Qiu, D.Q.S. Tng, E.-H. Yang, Surface treatment of recycled concrete aggregates through microbial carbonate precipitation, *Construction and Building Materials*, **57** (2014) 144-150.
- [147] A.M. Grabiec, J. Klama, D. Zawal, D. Krupa, Modification of recycled concrete aggregate by calcium carbonate biodeposition, *Construction and Building Materials*, **34** (2012) 145-150.
- [148] W. De Muynck, N. De Belie, W. Verstraete, Microbial carbonate precipitation in construction materials: A review, *Ecological Engineering*, **36** (2010) 118-136.
- [149] W.L. Zeng, Y.X. Zhao, C.S. Poon, Z.Y. Feng, Z.M. Lu, S.P. Shah, Using microbial carbonate precipitation to improve the properties of recycled aggregate, *Construction and Building Materials*, **228** (2019).
- [150] J. Wang, B. Vandevyvere, S. Vanhessche, J. Schoon, N. Boon, N. De Belie, Microbial carbonate precipitation for the improvement of quality of recycled aggregates, *Journal of Cleaner Production*, **156** (2017) 355-366.
- [151] S.-C. Kou, C.-S. Poon, Properties of concrete prepared with PVA-impregnated recycled concrete aggregates, *Cement & Concrete Composites*, **32** (2010) 649-654.
- [152] European Committee for Standardization, European Standard. EN 197-1. Cement - Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements, in, 2011.
- [153] J.M. Paris, J.G. Roessler, C.C. Ferraro, H.D. DeFord, T.G. Townsend, A review of waste products utilized as supplements to Portland cement in concrete, *Journal of Cleaner Production*, **121** (2016) 1-18.
- [154] M. Frias, R. Vigil de la Villa, S. Martinez-Ramirez, L. Fernandez-Carrasco, E. Villar-Cocina, R. Garcia-Gimenez, Multi-Technique Characterization of a Fine Fraction of CDW and Assessment of Reactivity in a CDW/Lime System, *Minerals*, **10** (2020).

- [155] J. Moreno-Juez, I.J. Vegas, M. Frias Rojas, R. Vigil de la Villa, E. Guede-Vazquez, Laboratory-scale study and semi-industrial validation of viability of inorganic CDW fine fractions as SCMs in blended cements, *Construction and Building Materials*, **271** (2021).
- [156] L. Caneda-Martinez, M. Monasterio, J. Moreno-Juez, S. Martinez-Ramirez, R. Garcia, M. Frias, Behaviour and Properties of Eco-Cement Pastes Elaborated with Recycled Concrete Powder from Construction and Demolition Wastes, *Materials*, **14** (2021).
- [157] H. Wu, C. Liang, C. Wang, Z. Ma, Properties of green mortar blended with waste concrete-brick powder at various components, replacement ratios and particle sizes, *Construction and Building Materials*, **342** (2022).
- [158] T.C.F. Oliveira, B.G.S. Dezen, E. Possan, Use of concrete fine fraction waste as a replacement of Portland cement, *Journal of Cleaner Production*, **273** (2020).
- [159] Y.J. Kim, Y.W. Choi, Utilization of waste concrete powder as a substitution material for cement, *Construction and Building Materials*, **30** (2012) 500-504.
- [160] C. Medina, P.F.G. Banfill, M.I. Sanchez de Rojas, M. Frias, Rheological and calorimetric behaviour of cements blended with containing ceramic sanitary ware and construction/demolition waste, *Construction and Building Materials*, **40** (2013) 822-831.
- [161] E. Asensio, C. Medina, M. Frias, M.I.S. de Rojas, Use of clay-based construction and demolition waste as additions in the design of new low and very low heat of hydration cements, *Materials and Structures*, **51** (2018).
- [162] L. Reig, L. Soriano, M.V. Borrachero, J.M. Monzó, J. Payá, Potential use of ceramic sanitary ware waste as pozzolanic material, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, (2021).
- [163] A.M. Pitarch, L. Reig, A.E. Tomas, G. Forcada, L. Soriano, M.V. Borrachero, J. Paya, J.M. Monzo, Pozzolanic activity of tiles, bricks and ceramic sanitary-ware in eco-friendly Portland blended cements, *Journal of Cleaner Production*, **279** (2021).
- [164] P.R. de Matos, R.D. Sakata, L. Onghero, V.G. Uliano, J. de Brito, C.E.M. Campos, P.J.P. Gleize, Utilization of ceramic tile demolition waste as supplementary cementitious material: An early-age investigation, *Journal of Building Engineering*, **38** (2021).

- [165] E. Asensio, C. Medina, M. Frías, M.I. Sánchez de Rojas, Fired clay-based construction and demolition waste as pozzolanic addition in cements. Design of new eco-efficient cements, *Journal of Cleaner Production*, **265** (2020) 121610.
- [166] E. Asensio, C. Medina, M. Frias, M.I.S. de Rojas, Characterization of Ceramic-Based Construction and Demolition Waste: Use as Pozzolan in Cements, *Journal of the American Ceramic Society*, **99** (2016) 4121-4127.
- [167] Z. Chang, G. Long, Y. Xie, J.L. Zhou, Recycling sewage sludge ash and limestone for sustainable cementitious material production, *Journal of Building Engineering*, **49** (2022).
- [168] V. Jittin, A. Bahurudeen, Evaluation of rheological and durability characteristics of sugarcane bagasse ash and rice husk ash based binary and ternary cementitious system, *Construction and Building Materials*, **317** (2022).
- [169] S.V. Vassilev, D. Baxter, L.K. Andersen, C.G. Vassileva, An overview of the composition and application of biomass ash. Part 1. Phase-mineral and chemical composition and classification, *Fuel*, **105** (2013) 40-76.
- [170] J.I. Odziejewicz, E. Wolejko, U. Wydro, M. Wasil, A. Jablonska-Trypuc, Utilization of Ashes from Biomass Combustion, *Energies*, **15** (2022).
- [171] S. Sakir, S.N. Raman, M. Safiuddin, A.B.M.A. Kaish, A.A. Mutalib, Utilization of By-Products and Wastes as Supplementary Cementitious Materials in Structural Mortar for Sustainable Construction, *Sustainability*, **12** (2020).
- [172] H. Alghamdi, A review of cementitious alternatives within the development of environmental sustainability associated with cement replacement, *Environmental Science and Pollution Research*, **29** (2022) 42433-42451.
- [173] M.A. Munawar, A.H. Khoja, S.R. Naqvi, M.T. Mehran, M. Hassan, R. Liaquat, U.F. Dawood, Challenges and opportunities in biomass ash management and its utilization in novel applications, *Renewable & Sustainable Energy Reviews*, **150** (2021).
- [174] R.N. González-Kunz, P. Pineda, A. Bras, L. Morillas, Plant biomass ashes in cement-based building materials. Feasibility as eco-efficient structural mortars and grouts, *Sustainable Cities and Society*, **31** (2017) 151-172.

- [175] B. Carrasco, N. Cruz, J. Terrados, F.A. Corpas, L. Perez, An evaluation of bottom ash from plant biomass as a replacement for cement in building blocks, *Fuel*, **118** (2014) 272-280.
- [176] C.M.A. Fontes, R.B. Silva, P.R.L. Lima, Characterization and Effect of Using Bottom and Fly Ashes from Co-combustion of Cocoa Waste as Mineral Addition in Concrete, *Waste and Biomass Valorization*, **10** (2019) 223-233.
- [177] R. Rajamma, R.J. Ball, L.A.C. Tarelho, G.C. Allen, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira, Characterisation and use of biomass fly ash in cement-based materials, *Journal of Hazardous Materials*, **172** (2009) 1049-1060.
- [178] S. Demis, J.G. Tapali, V.G. Papadakis, An investigation of the effectiveness of the utilization of biomass ashes as pozzolanic materials, *Construction and Building Materials*, **68** (2014) 291-300.
- [179] S.A. Memon, M.K. Khan, Ash blended cement composites: Eco-friendly and sustainable option for utilization of corncob ash, *Journal of Cleaner Production*, **175** (2018) 442-455.
- [180] I.F. Saez del Bosque, J.M. Medina, M. Frias, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Use of biomass-fired power plant bottom ash as an addition in new blended cements: Effect on the structure of the C-S-H gel formed during hydration, *Construction and Building Materials*, **228** (2019).
- [181] J.M. Medina, I.F. Saez del Bosque, M. Frias, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Durability of new blended cements additioned with recycled biomass bottom ASH from electric power plants, *Construction and Building Materials*, **225** (2019) 429-440.
- [182] J. Rosales, M. Cabrera, M.G. Beltran, M. Lopez, F. Agrela, Effects of treatments on biomass bottom ash applied to the manufacture of cement mortars, *Journal of Cleaner Production*, **154** (2017) 424-435.
- [183] S. Maschio, G. Tonello, L. Piani, E. Furlani, Fly and bottom ashes from biomass combustion as cement replacing components in mortars production: Rheological behaviour of the pastes and materials compression strength, *Chemosphere*, **85** (2011) 666-671.

- [184] C.B. Farinha, J. de Brito, R. Veiga, Influence of forest biomass bottom ashes on the fresh, water and mechanical behaviour of cement-based mortars, *Resources Conservation and Recycling*, **149** (2019) 750-759.
- [185] S.K. Antiohos, V.G. Papadakis, E. Chaniotakis, S. Tsimas, Improving the performance of ternary blended cements by mixing different types of fly ashes, *Cement and Concrete Research*, **37** (2007) 877-885.
- [186] L. Bagel, Strength and pore structure of ternary blended cement mortars containing blast furnace slag and silica fume, *Cement and Concrete Research*, **28** (1998) 1011-1022.
- [187] R.A. Rivera, M.A. Sanjuan, D.A. Martin, Granulated Blast-Furnace Slag and Coal Fly Ash Ternary Portland Cements Optimization, *Sustainability*, **12** (2020).
- [188] S.D. Ingale, P.D. Nemade, An investigation on fresh state properties of cement paste and concrete with GGBS and waste paper sludge ash, *Materials Today: Proceedings*, (2022).
- [189] H. Dada, A.S.E. Belaidi, H. Soualhi, E.H. Kadri, B. Benabed, Influence of temperature on the rheological behaviour of eco-mortar with binary and ternary cementitious blends of natural pozzolana and marble powder, *Powder Technology*, **384** (2021) 223-235.
- [190] L. Rodier, K. Bilba, C. Onesippe, M.A. Arsene, Study of pozzolanic activity of bamboo stem ashes for use as partial replacement of cement, *Materials and Structures*, **50** (2017).
- [191] E.R. Teixeira, A. Camoes, F.G. Branco, J.B. Aguiar, R. Fangueiro, Recycling of biomass and coal fly ash as cement replacement material and its effect on hydration and carbonation of concrete, *Waste Management*, **94** (2019) 39-48.
- [192] W. Wongkeo, P. Thongsanitgarn, A. Chaipanich, Compressive strength and drying shrinkage of fly ash-bottom ash-silica fume multi-blended cement mortars, *Materials & Design*, **36** (2012) 655-662.
- [193] P. Chindaprasirt, S. Rukzon, Strength, porosity and corrosion resistance of ternary blend Portland cement, rice husk ash and fly ash mortar, *Construction and Building Materials*, **22** (2008) 1601-1606.

- [194] C.C. Ban, L.J. Jia, K.K. Le Ping, R. Siddique, W. Tangchirapat, Properties of ternary blended cement containing ground granulated blast furnace slag and ground coal bottom ash, *Construction and Building Materials*, **315** (2022).
- [195] G. Athira, A. Bahurudeen, Rheological properties of cement paste blended with sugarcane bagasse ash and rice straw ash, *Construction and Building Materials*, **332** (2022).
- [196] A. Akkarapongtrakul, P. Julphunthong, T. Nochaiya, Setting time and microstructure of Portland cement-bottom ash-sugarcane bagasse ash pastes, *Monatshefte Fur Chemie*, **148** (2017) 1355-1362.
- [197] M. Monasterio, L. Caneda-Martínez, I. Vegas, M. Frías, Progress in the influence of recycled construction and demolition mineral-based blends on the physical–mechanical behaviour of ternary cementitious matrices, *Construction and Building Materials*, **344** (2022) 128169.

Capítulo

2

Objetivos

Capítulo 2. Objetivos

En el segundo capítulo de la Tesis Doctoral «*Efectos de la biomasa y los residuos de construcción y demolición en las propiedades del cemento, el mortero y el hormigón*» se describen el objetivo general y los objetivos específicos que han llevado a su realización.

2.1. Objetivo general de la Tesis Doctoral

El objetivo general de la presente Tesis Doctoral es investigar la viabilidad de valorizar los residuos mixtos de construcción y demolición y/o las cenizas de biomasa de fondo como adición o esqueleto granular en la formulación de nuevos eco-cementos/eco-morteros y hormigones reciclados, con menor contenido en clínker y árido grueso natural, respectivamente.

2.2. Objetivos específicos de la Tesis Doctoral

El ítem principal de esta Tesis Doctoral se desglosa en varios objetivos específicos. Estos objetivos específicos se han dividido en función de la aplicación final investigada: a) hormigones reciclados; y b) eco-cementos y eco-morteros.

A. Efecto de la optimización de los residuos de construcción y demolición mixtos en las propiedades de los nuevos hormigones reciclados

1. Realizar una revisión bibliográfica sobre el estado actual de conocimiento en el eco-diseño de hormigones reciclados fabricados con áridos procedentes de residuos de construcción y demolición mixtos optimizados en base a tratamientos (superficiales, mecánicos...).

2. Llevar a cabo la caracterización física (absorción de agua) y mecánica (resistencia a la fragmentación) de la fracción gruesa del árido reciclado mixto procedente de residuos de construcción y demolición, obtenido en una planta de tratamiento de la Comunidad de Extremadura; así como de la fracción gruesa optimizada a través de la aplicación de un tratamiento superficial en base a un polímero.
 3. Determinación y optimización de las condiciones del tratamiento superficial con polímeros (porcentaje de concentración de la disolución, tiempo de inmersión y método de secado) que permiten una mejora prestacional de la fracción mixta reciclada.
 4. Formulación de los hormigones reciclados que incorporan en su totalidad fracción gruesa mixta sin optimizar u optimizada como esqueleto granular.
 5. Evaluar las propiedades en estado fresco (densidad, trabajabilidad y aire ocluido) y en estado endurecido (resistencia a compresión y tracción, absorción total de agua por inmersión, capacidad de absorción capilar, permeabilidad al agua bajo presión, resistencia a la penetración de cloruros, permeabilidad al aire, resistividad eléctrica, velocidad de paso ultrasónico, interfase árido/matriz cementante y porosidad) de los hormigones reciclados fabricados con la sustitución total (100%) de la fracción gruesa 12/22 mm de árido natural por el árido reciclado mixto sin tratar u optimizado mediante la aplicación previa de un tratamiento superficial con polímeros bajo las mejores condiciones, determinadas previamente.
 6. Realizar un análisis estadístico del efecto del método de secado con polímeros en las propiedades (resistencia a compresión, resistencia a tracción, penetración de agua bajo presión máxima y penetración de agua bajo presión media) de los hormigones reciclados fabricados con los áridos reciclados mixtos tratados/optimizados.
- B. Efecto de los residuos de construcción y demolición mixtos y las cenizas de biomasa de fondo en las propiedades de los nuevos eco-cementos y eco-morteros con un menor contenido en clínker**

1. Realizar una revisión bibliográfica sobre el estado actual de conocimiento en el eco-diseño de eco-cementos con un menor contenido en clínker en base al uso de las nuevas adiciones abordadas en la presente Tesis Doctoral.
2. Caracterización química, física y mineralógica de los residuos: i) polvo mixto de residuos de construcción y demolición; y ii) cenizas de biomasa de fondo. Verificación del cumplimiento normativo de estos desechos como potenciales adiciones en el cemento, según las normas EN 197-1, EN 450-1 y ASTM C618.
3. Investigar las propiedades químicas (puzolanicidad), físicas (demanda de agua, tiempo de inicio de fraguado, estabilidad de volumen, trabajabilidad), mecánicas (resistencia a flexión y resistencia a compresión) y microestructura (porosidad y morfología) de los eco-cementos y eco-morteros compuestos por la mezcla de cemento Portland con polvo mixto de residuos de construcción y demolición o cenizas de biomasa de fondo, en porcentajes de sustitución de 5%, 10%, 15% y 20% (cementos binarios). Análisis del cumplimiento normativo de estos eco-cementos según la norma EN 197-1.
4. Realizar un análisis estadístico del efecto que tiene el porcentaje de sustitución de cemento Portland por las nuevas adiciones (polvo mixto de residuos de construcción y demolición o cenizas de biomasa de fondo) en la resistencia a compresión de los eco-morteros binarios fabricados a partir de los nuevos eco-cementos con menor contenido en clínker.

Capítulo

3

Metodología

Capítulo 3. Metodología

En el tercer capítulo de la Tesis Doctoral «*Efectos de la biomasa y los residuos de construcción y demolición en las propiedades del cemento, el mortero y el hormigón*» se exponen los materiales y el método experimental utilizados en la evaluación de los hormigones reciclados fabricados con árido reciclado mixto, así como en el análisis de los eco-cementos/eco-morteros fabricados con cenizas de biomasa de fondo o polvo mixto de residuos de construcción y demolición; para alcanzar los objetivos formulados en el Capítulo 2 de este documento.

3.1. Estudio de los hormigones fabricados con árido reciclado mixto

En la fase referida al análisis de las propiedades de los hormigones reciclados fabricados con árido reciclado mixto (ARM) optimizado, se realizó un tratamiento superficial de mejora previo sobre el árido reciclado mixto, mediante inmersión en polímeros; así como el estudio posterior de las propiedades del árido reciclado mixto tratado/optimizado y sin tratar. Seguidamente, se llevó a cabo la formulación y fabricación del hormigón convencional (HC) y de los hormigones reciclados (HR) con el 100% de sustitución del árido natural (AN) por el árido reciclado mixto (ARM), tanto tratado como sin tratar; y la evaluación de sus prestaciones mecánicas, durables y microestructurales.

3.1.1. Material

Los materiales empleados en el estudio de las propiedades de los áridos reciclados mixtos, tratados y sin tratar, y las prestaciones de los hormigones reciclados fabricados con ellos se muestran a continuación:

- i) árido natural de naturaleza silíceo ($\text{SiO}_2 > 60\%$), procedente del machaqueo de grauvacas, en tres fracciones granulométricas, es decir, grava - GN (12/22 mm), gravilla - GvN (6/12 mm) y arena (0/6 mm), como se muestran en la Figura 3.1;
- ii) árido reciclado mixto, formado por componentes de hormigón y árido desligado ($\approx 88\%$ en peso) y de naturaleza cerámica ($\approx 10\%$ en peso), así como un menor porcentaje de otros componentes (material bituminoso, partículas flotantes, etc.) [1]; con tamaños máximo y mínimo de 22 y 12 mm, respectivamente, como se muestra en la Figura 3.1, y procedente de la planta de tratamiento de residuos de construcción y demolición ARAPLASA, ubicada en el norte de la provincia de Cáceres, Extremadura (España);
- iii) polímero, utilizado para realizar el tratamiento superficial de optimización sobre el árido reciclado mixto. Este polímero consiste en una resina acrílica en emulsión, con un aspecto blanco lechoso, de pH 7,5 – 8,5 y un peso específico de 1050 kg/m^3 , suministrado por la empresa FUCHS Lubricantes, S.A.U, ubicada en Castellbisbal, Barcelona (España);
- iv) cemento CEM I 42,5 R, como conglomerante en la fabricación de los hormigones, suministrado por la planta cementera del grupo Lafarge ubicada en la provincia de Toledo; y
- v) aditivo superplastificante, que se trata de un policarboxilato (BRYTEN NF), suministrado por FUCHS Lubricantes, S.A.U., Castellbisbal, Barcelona (España)

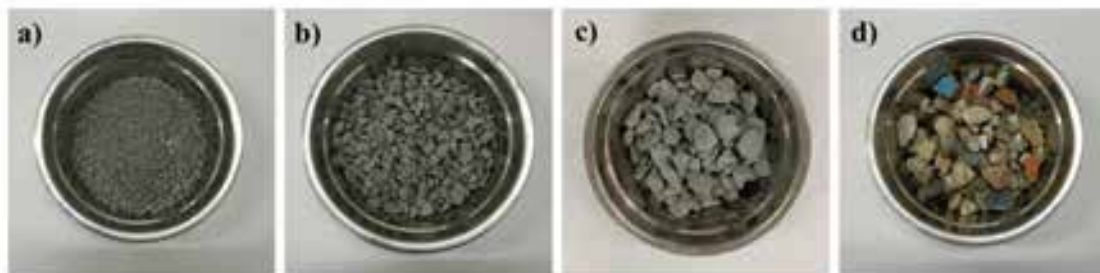


Figura 3.1. Áridos utilizados en la fabricación de los hormigones estudiados: a) árido fino natural; b) gravilla natural; c) grava natural; y d) árido grueso reciclado mixto

3.1.2. Aplicación del tratamiento superficial

El procedimiento para la impregnación superficial del árido reciclado mixto (ARM) con el polímero consistió en lo siguiente: i) preparación de dos disoluciones del polímero en agua destilada con concentraciones del 10% y del 20% en volumen; ii) lavado y secado en estufa ventilada del ARM sin tratar a una temperatura de 60°C durante 72 horas; iii) el ARM sin tratar pre acondicionado se colocó en cestos metálicos que fueron sumergidos en la disolución correspondiente durante los tiempos 10', 20', 30', 40' y 60'; y iv) tras la inmersión, los áridos reciclados mixtos optimizados fueron dispuestos en bandejas para su secado en estufa (O) o al aire (A). En el primer caso, el árido colocado en bandejas metálicas se introdujo en estufa ventilada durante 24±1 h a 60°C. En el segundo caso, el árido permaneció durante 24 h±1 h en condiciones de laboratorio (20°C y HR 60%) en bandejas de plástico y, a continuación, se introdujo en estufa ventilada sobre bandejas metálicas 24±1 h a 60°C. La aplicación de esta metodología dio lugar a los lotes de áridos tratados 10'-O, 10'-A, 20'-O, 20'-A, 30'-O, 30'-A, 40'-O, 40'-A, 60'-O y 60'-A, para cada uno de los porcentajes de concentración.

3.1.3. Caracterización de los áridos reciclados mixtos

La caracterización física y mecánica, así como a nivel microscópico, de los áridos reciclados mixtos tratados/optimizados y sin tratar se realizó de acuerdo con lo indicado en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Propiedades de los áridos reciclados mixtos

Análisis	Propiedad	Método de ensayo	Tipo de ARM
Físico	Coefficiente de absorción de agua	Método del picnómetro según EN 1097-6 [2]	a, b, c
Mecánico	Resistencia a la fragmentación del árido grueso	Ensayo de Los Ángeles según EN 1097-2 [3] (*)	a, b, c
Microscópico	Análisis superficial y espesor de la película	Microscopía electrónica de barrido (BSE/EDX)	b (20%; 60'; O), c (20%; 60'; A)

Nota – a: ARM sin tratar; b: ARM tratado/optimizado en estufa 10%; 20%; 10'; 20'; 30'; 40'; 60' (O); c: ARM tratado/optimizado al aire 10%; 20%; 10'; 20'; 30'; 40'; 60' (A); (*): en vigor actualmente la norma correspondiente al año 2021

3.1.4. Caracterización de los hormigones reciclados

Para llevar a cabo la evaluación de las propiedades de los hormigones reciclados incluyendo árido reciclado mixto, se fabricaron los hormigones reciclados (HR) con el

100% de sustitución del árido natural (AN) por el árido reciclado mixto (ARM), tanto sin tratar como tratado/optimizado (20%; 60'; O y 20%; 60'; A), designados RC-100, RC-100_O y RC-100_A, respectivamente; y se evaluaron las prestaciones físicas, mecánicas y durables, según lo indicado en la Tabla 3.2. El hormigón convencional (HC) de referencia fue designado CC.

Tabla 3.2. Propiedades de los hormigones reciclados fabricados con árido reciclado mixto

Estado	Análisis	Propiedad	Método de ensayo	Tipo de HR
Fresco	Físico	Densidad	EN 12350-6 [4]	a, b, c
		Contenido de aire ocluido	Método de la columna de agua según EN 12350-7 [5]	
		Consistencia	Ensayo de asentamiento según EN 12350-2 [6]	
Endurecido	Mecánico	Resistencia a compresión	EN 12390-3 [7]	a, b, c
		Resistencia a tracción	EN 12390-6 [8]	
	Durable	Absorción total de agua por inmersión	UNE 83980 [9]	a, b, c
		Absorción capilar	Método de Fagerlund según UNE 83982 [10]	
		Permeabilidad al agua bajo presión	EN 12390-8 [11]	
		Resistencia a la penetración de cloruros	ASTM C1202 [12] (***)	
	Calidad del hormigón	Permeabilidad al aire	UNE 83981 [13]	a, b, c
		Resistividad eléctrica	Método de las cuatro puntas según UNE 83988-2 [14] (*)	
		Velocidad de ultrasonidos	EN 12504-4 [15] (**)	
		Microestructural	Porosidad total, tamaño medio de poro y distribución de tamaño de poro	

Tabla 3.2. (Continuación de la Tabla en la página anterior)

	Morfología e interfase	Microscopía electrónica de barrido/microanálisis por dispersión de energía de rayos X (SEM/EDX, por sus siglas en inglés)	a, b, c
Estadístico	Resistencia a compresión, resistencia a tracción, permeabilidad al agua bajo presión	Análisis de la varianza (ANOVA, por sus siglas en inglés) mediante el software R (versión 3.6.1)	a, b, c
<p>Nota – a: HR-100 (100% ARM sin tratar); b: HR-100_E (100% ARM 20%; 60°; O); c: HR-100-A (100% ARM 20%; 60°; A); (*): anulada actualmente; (**): en vigor actualmente la norma correspondiente al año 2022; (***) : en vigor actualmente la norma correspondiente al año 2019</p>			

3.2. Estudio de los eco-cementos/eco-morteros fabricados con cenizas de biomasa de fondo o polvo mixto de residuos de construcción y demolición

En la fase referida a la evaluación de las propiedades de los eco-cementos/eco-morteros binarios fabricados con cenizas de biomasa de fondo (BBA) o polvo mixto de residuos de construcción y demolición (RCDm), se realizó una caracterización química, mineralógica, física y morfológica previa de las nuevas adiciones; y posteriormente, se analizaron las propiedades físicas, mecánicas y microestructurales de los eco-cementos/eco-morteros binarios fabricados con cenizas de biomasa de fondo (BBA) o polvo mixto de residuos de construcción y demolición (RCDm) en porcentajes de sustitución del cemento Portland (OPC) del 5%, 10%, 15% y 20%.

3.2.1. Material

Los materiales empleados en el estudio de las nuevas adiciones y las prestaciones de los eco-cementos/eco-morteros binarios fabricados con ellas se muestran a continuación:

- i) dos residuos (Figura 3.2): a) cenizas de biomasa de fondo (designadas BBA-B), obtenidas en una planta eléctrica de biomasa localizada en la región de Extremadura, como resultado de la combustión de desechos herbáceos y forestales; y b) polvo mixto de residuos de construcción y demolición (designado CDWm-R), suministrado por una planta de tratamiento de residuos de construcción y demolición, llamada ARAPLASA, localizada en la región de Extremadura, obtenido a partir de la molienda de árido reciclado mixto (ARM) con un ~10,9% de contenido cerámico, ~44,0% de contenido de hormigón y ~43,8% de contenido de árido desligado [1];
- ii) cemento de referencia, que se trató de un cemento Portland (OPC), CEM I 42.5 R, en cumplimiento con la norma EN 197-1 [16], suministrado por la planta de la cementera Lafarge situada en la región de Castilla-La Mancha (España);
- iii) arena normalizada CEN, de acuerdo con la norma EN 196-1 [17];
- iv) agua desmineralizada

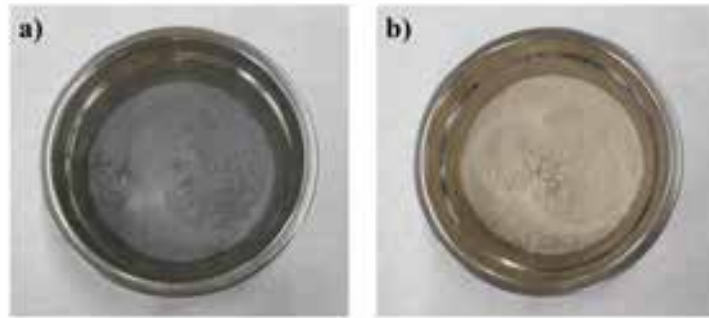


Figura 3.2. Adiciones utilizadas en los eco-cementos estudiados: a) cenizas de biomasa de fondo; y b) polvo mixto de residuos de construcción y demolición

3.2.2. Caracterización de las nuevas adiciones

La caracterización de los residuos, las cenizas de biomasa de fondo (BBA-B) y el polvo mixto de residuos de construcción y demolición (CDWm-R), se realizó de acuerdo con lo indicado en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3. Propiedades de los residuos analizados como adiciones en el cemento

Análisis	Propiedad	Método de ensayo	Tipo de adición
Químico	Composición química	Fluorescencia de rayos X (XRF, por sus siglas en inglés)	a, b
	Capacidad de fijar cal	Disolución saturada de cal [18]	
Mineralógico	Composición mineralógica	Difracción de rayos X (XRD, por sus siglas en inglés)	a, b
Físico	Distribución de tamaño de partículas	Láser granulométrico	a, b
	Superficie específica	Método BET (Brunauer, Emmet y Teller)	
Microscópico	Morfología	Microscopía electrónica de barrido/microanálisis por dispersión de energía de rayos X (SEM/EDX)	a, b

Nota – a: cenizas de biomasa de fondo; b: polvo mixto de residuos de construcción y demolición

3.2.3. Caracterización de los eco-cementos y eco-morteros binarios

Las propiedades físicas, mecánicas y microestructurales de los eco-cementos/eco-morteros binarios fabricados con las cenizas de biomasa de fondo (BBA-B) y el polvo mixto de residuos de construcción y demolición (CDWm-R) se evaluaron según lo indicado en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4. Propiedades de los eco-cementos binarios

Análisis	Propiedad	Método de ensayo	Tipo de eco-cemento
Químico	Puzolanicidad	Método de Frattini según EN 196-5 [19]	a, b
		Índice resistente según EN 450-1 [20] y ASTM C618 [21]	
Físico	Demanda de agua	Método de la aguja de Vicat según EN 196-3 [22]	a, b
	Tiempo de inicio de fraguado		
	Estabilidad de volumen	Método de las agujas de Le Chatelier según EN 196-3 [22]	
	Consistencia	Método de la mesa de sacudidas según EN 1015-3 [23]	
Mecánico	Resistencia a flexión	EN 196-1 [17]	a, b
	Resistencia a compresión	EN 196-1 [17]	
Microestructural	Porosidad total, tamaño medio de poro y poros >0,05 mm	Porosimetría por intrusión de mercurio (MIP)	a, b
	Distribución de tamaño de poro		
	Distribución de poros >0,05 mm	Tomografía computarizada de rayos X	
	Análisis de la matriz y la interfase	Microscopía electrónica de barrido/microanálisis por dispersión de energía de rayos X (SEM/EDX)	
Morfología de los productos de hidratación			

Tabla 3.4. (Continuación de la Tabla en la página anterior)

Estadístico	Resistencia a compresión	Análisis de la varianza (ANOVA) mediante el software R (versión 4.2.1)	a, b
Nota – a : eco-cementos binarios con BBA-B; b : eco-cementos binarios con CDWm-R			

3.3. Referencias bibliográficas

- [1] F. Agrela, M. Sánchez de Juan, J. Ayuso, V.L. Geraldes, J.R. Jiménez, Limiting properties in the characterisation of mixed recycled aggregates for use in the manufacture of concrete, *Construction and Building Materials*, **25** (2011) 3950-3955.
- [2] European Committee for Standardization, European Standard. EN 1097-6. Tests for mechanical and physical properties of aggregates - Part 6: Determination of particle density and water absorption, in, 2014, pp. 52.
- [3] European Committee for Standardization, European Standard. EN 1097-2. Tests for mechanical and physical properties of aggregates - Part 2: Methods for the determination of resistance to fragmentation, in, 2010, pp. 36.
- [4] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12350-6. Testing fresh concrete - Part 6: Density, in, 2020, pp. 14.
- [5] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12350-7. Testing fresh concrete - Part 7: Air content - Pressure methods, in, 2020, pp. 28.
- [6] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12350-2. Testing fresh concrete - Part 2: Slump test, in, 2020.
- [7] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12390-3. Testing hardened concrete - Part 3: Compressive strength of test specimens, in, 2020, pp. 23.
- [8] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12390-6. Testing hardened concrete - Part 6: Tensile splitting strength of test specimens, in, 2010, pp. 13.
- [9] Spanish Committee for Standardization, Spanish Standard. UNE 83980. Concrete durability. Test methods. Determination of the water absorption, density and accessible porosity for water in concrete, in, 2014, pp. 6.
- [10] Spanish Committee for Standardization, Spanish Standard. UNE 83982. Concrete durability. Test methods. Determination of the capillar suction in hardened concrete. Fagerlund method., in, 2008, pp. 6.
- [11] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12390-8. Testing hardened concrete - Part 8: Depth of penetration of water under pressure, in, 2020, pp. 14.

[12] ASTM Standards, ASTM C1202 - 97. Standard Test Method for Electrical Indication of Concrete's Ability to Resist Chloride Ion Penetration, in: A. International (Ed.), West Conshohocken, PA, 1997.

[13] Spanish Committee for Standardization, Spanish Standard. UNE 83981. Concrete durability. Test methods. Determination to gas permeability of hardened concrete, in, 2008, pp. 8.

[14] Spanish Committee for Standardization, Spanish Standard. UNE 83988-2. Concrete durability. Test methods. Determination of the electrical resistivity. Part 2: Four points or Wenner method., in, 2014, pp. 11.

[15] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12504-4. Testing concrete - Part 4: Determination of ultrasonic pulse velocity, in, 2006, pp. 16.

[16] European Committee for Standardization, European Standard. EN 197-1. Cement - Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements, in, 2011, pp. 38.

[17] European Committee for Standardization, European Standard. EN 196-1. Methods of testing cement - Part 1: Determination of strength, in, 2018, pp. 39.

[18] C. Medina, I.F.S. del Bosque, E. Asensio, M. Frias, M.I.S. de Rojas, Mineralogy and Microstructure of Hydrated Phases During the Pozzolanic Reaction in the Sanitary Ware Waste/Ca(OH)₂ System, *Journal of the American Ceramic Society*, **99** (2016) 340-348.

[19] European Committee for Standardization, European Standard. EN 196-5. Methods of testing cement - Part 5: Pozzolanicity test for pozzolanic cement, in, 2011, pp. 15.

[20] European Committee for Standardization, European Standard. EN 450-1. Fly ash for concrete - Part 1: Definition, specifications and conformity criteria, in, 2013, pp. 32.

[21] ASTM International, ASTM C618 Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete, in, 2022.

[22] European Committee for Standardization, European Standard. EN 196-3. Methods of testing cement - Part 3: Determination of setting times and soundness, in, 2017, pp. 19.

[23] European Committee for Standardization, European Standard. EN 1015-3. Methods of test for mortar for masonry - Part 3: Determination of consistence of fresh mortar (by flow table), in, 2000, pp. 11.

Capítulo

4

Resultados

Capítulo 4. Resultados

En el cuarto capítulo de la Tesis Doctoral «*Efectos de la biomasa y los residuos de construcción y demolición en las propiedades del cemento, el mortero y el hormigón*» se muestran los resultados obtenidos en la investigación sobre la evaluación de los hormigones reciclados fabricados con árido reciclado mixto optimizado, así como en el análisis de los eco-cementos/eco-morteros fabricados con cenizas de biomasa de fondo o polvo mixto de residuos de construcción y demolición.

4.1. Estudio de los hormigones fabricados con árido reciclado mixto

En esta sección se describen los resultados obtenidos en la fase referida al análisis de las propiedades del árido reciclado mixto (ARM) tratado/optimizado, y de las prestaciones mecánicas, durables y microestructurales de los hormigones reciclados (HR) fabricados con el 100% de sustitución del árido natural (AN) por el árido reciclado mixto (ARM), tanto tratado como sin tratar.

4.1.1. Propiedades del árido natural y los áridos reciclados mixtos

4.1.1.1. Absorción de agua

Los valores del coeficiente de absorción de agua (WA_{24}), coeficiente de Los Ángeles (LA) e índice de lajas (IL) del árido natural (AN) y el árido reciclado mixto (ARM) sin tratar se recogen en la Tabla 4.1. En ella se observa que el ARM tiene un coeficiente de absorción de agua mayor que el AN y superior al límite (5,0%) establecido por el Código Estructural (CodE) [1] para los áridos empleados en la fabricación de hormigones

estructurales. Respecto al índice de lajas se observa que el ARM tiene un valor inferior al registrado por el árido natural (AN) y al límite establecido por la normativa vigente. Asimismo, el coeficiente de Los Ángeles del ARM es 1,7 veces superior al de la grava natural e inferior al valor máximo establecido por el Código Estructural (CodE). Esta menor resistencia a la fragmentación y la mayor absorción se encuentran directamente relacionadas con la presencia de mortero adherido (mayor porosidad) y de material cerámico (mayor porosidad y fragilidad) en la composición del ARM [2].

Tabla 4.1. Propiedades físicas y mecánicas de los áridos estudiados

Árido	WA ₂₄ (% en peso)	IL (% en peso)	LA (% en peso)
Arena natural	1,18	-	-
Gravilla natural (GvN)	0,88	21	16,0
Grava natural (GN)	0,78	25	18,0
ARM sin tratar	5,49	10	30,2
Límite establecido por el CodE	≤5,0	<35	≤40,0

La Figura 4.1 muestra los valores de coeficiente de absorción de agua a las 24 horas (WA₂₄) para cada lote de ARM tratado: 10% o 20% de concentración de la disolución, y método de secado en estufa (O) o al aire (A); observándose que la aplicación del tratamiento superficial permitió conseguir un descenso del coeficiente de absorción de agua del ARM optimizado respecto al ARM sin tratar (5,49%). Los resultados obtenidos se encuentran todos ellos dentro del rango de valores de 4,10 – 5,04 %. A este respecto, cabe indicar que el tratamiento superficial permite que el valor del coeficiente sea igual e inferior al 5,0% exigido por el CodE [1]. Adicionalmente, se pone de manifiesto que la absorción de agua: i) para el mismo porcentaje de concentración y método de secado, disminuye linealmente con el tiempo de inmersión con un coeficiente de correlación ($R^2 \geq 0,97$); ii) se ve afectada en un menor grado cuando se aplica el tratamiento mediante inmersión en la disolución al 10% de concentración y método de secado al aire (10%-A); y iii) se ve menos afectada cuando el ARM tratado es secado en aire (A).

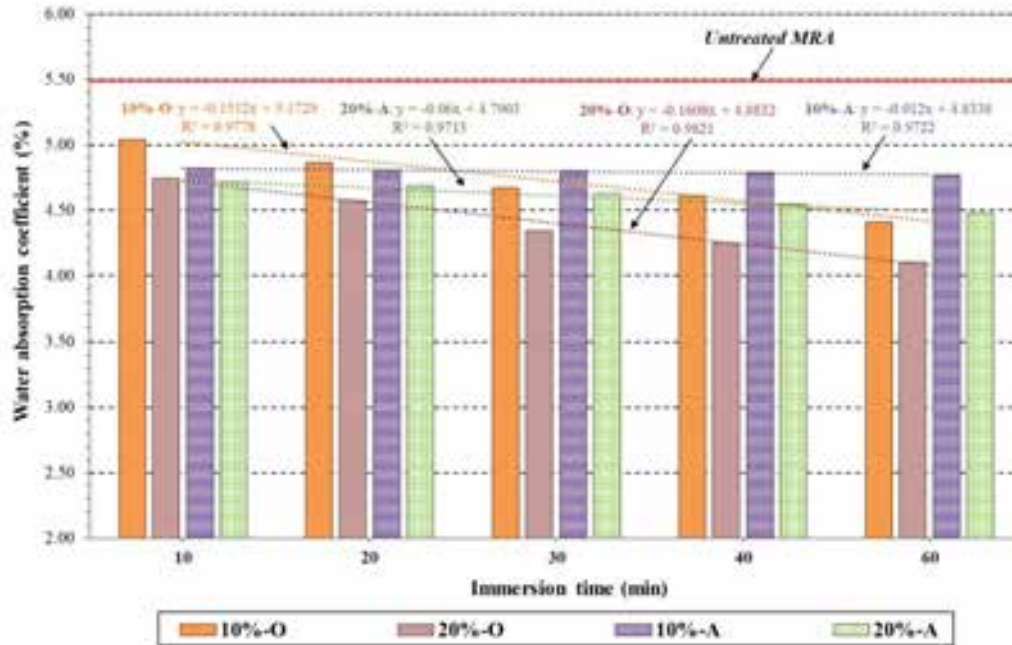


Figura 4.1. Coeficiente de absorción de agua del ARM

La Figura 4.1 también pone de relieve que los áridos reciclados inmersos en la disolución del 20% de concentración de polímero mostraron un mayor descenso en la absorción de agua ($\Delta = -25,3\% / -18,4\%$ a los 60 min respecto al árido sin tratar) que los inmersos en la del 10% de concentración ($\Delta = -19,7\% / -13,1\%$ a los 60 min respecto al árido sin tratar) para el mismo tiempo de inmersión y método de secado. Este comportamiento está asociado a la capacidad que tiene el polímero de penetrar en el sistema poroso y a la creación de una película superficial en el árido.

4.1.1.2. Resistencia a la fragmentación

La Figura 4.2 muestra el efecto que tiene la aplicación del tratamiento de los ARM en el coeficiente de Los Ángeles. En ella se pone de manifiesto el incremento lineal ($R^2 \geq 0,86$) de la resistencia a la fragmentación con el tiempo de inmersión para un porcentaje de polímero y método de secado, encontrándose el coeficiente de Los Ángeles en el rango de 20,8 – 28,7%. Este comportamiento se encuentra ligado principalmente a la densificación de la superficie porosa de los componentes constituyentes de ARM, especialmente aquellos procedentes de hormigón y materiales cerámicos.

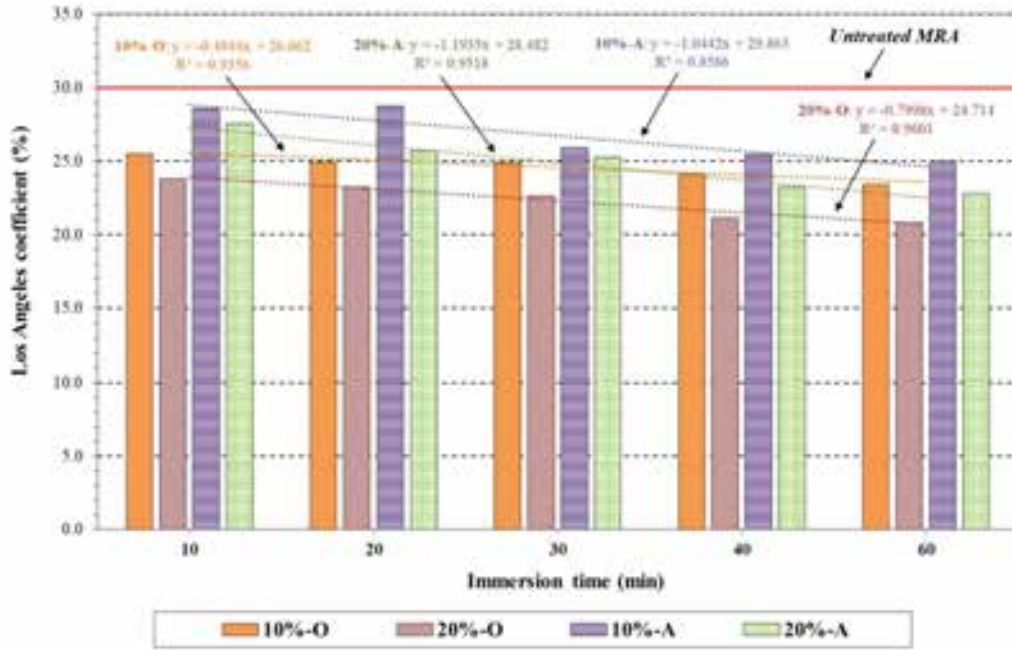


Figura 4.2. Coeficiente de Los Ángeles del ARM

La Figura 4.2 también pone de relieve que los áridos reciclados inmersos en la disolución del 20% de concentración de polímero mostraron un mayor descenso en el coeficiente de Los Ángeles ($\Delta = -31,1\% / -24,5\%$ a los 60 min respecto al árido sin tratar) que los inmersos en la del 10% de concentración ($\Delta = -22,5\% / -17,3\%$ a los 60 min respecto al árido sin tratar) para el mismo tiempo de inmersión y método de secado.

4.1.1.3. Estudio microestructural de los áridos

Las Figura 4.3 y Figura 4.4 muestran las micrografías y el mapping realizado por microscopía electrónica de barrido de electrones retrodispersados (BSE/EDX) del ARM con tratamiento 20%-60'-O y 20%-60'-A, respectivamente. En ambas figuras se pone de manifiesto la formación superficial sobre los ARM de una película microscópica que penetra muy superficialmente en el sistema poroso de los mismos. Esta película tiene un espesor medio de $11,50 \pm 4,39 \mu\text{m}$ y $10,27 \pm 2,68 \mu\text{m}$ para el caso de los áridos reciclados tratados/optimizados que han sido secados en estufa o al aire, respectivamente. Este resultado, se encuentra en consonancia con los resultados observados en la absorción de agua y el coeficiente de Los Ángeles.

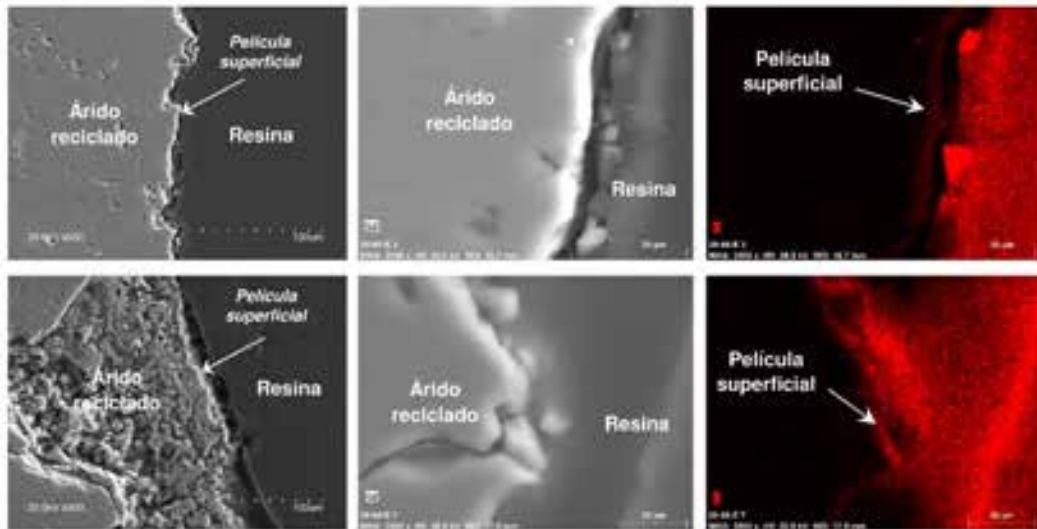


Figura 4.3. Micrografía y mapping de la muestra 20%-60'-O

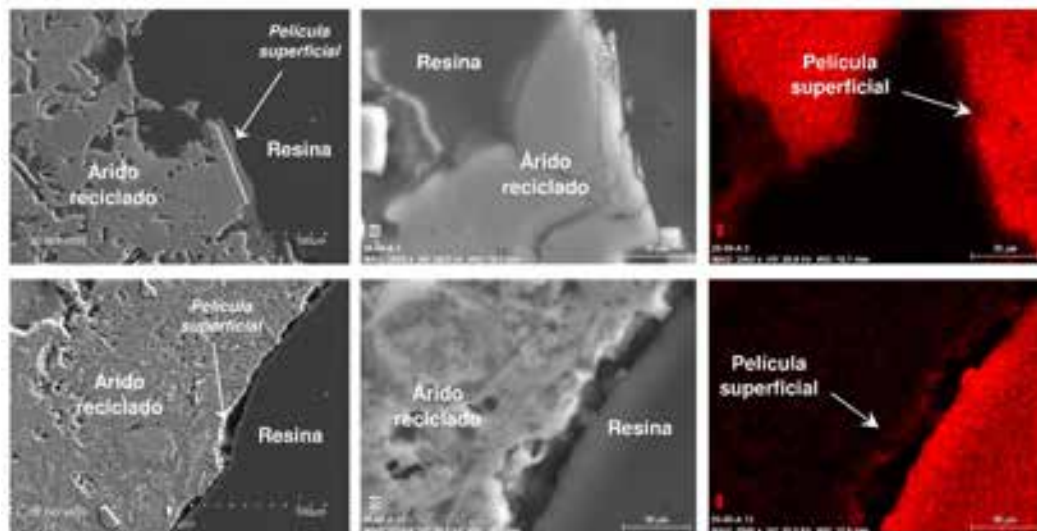


Figura 4.4. Micrografía y mapping de la muestra 20%-60'-A

4.1.1.4. Efecto del tratamiento (análisis estadístico)

Los p -valores obtenidos del ajuste del modelo estadístico para cada variable respuesta (coeficiente absorción de agua y coeficiente de Los Ángeles) con dos factores e interacción determinaron que tales efectos de interacción entre los niveles de los factores eran nulos. Por tanto, el modelo elegido fue ANOVA para dos factores sin interacción. En cuanto la homocedasticidad, a través del contraste de Barlett (CB) se obtuvieron p -valores por encima de 0,05 pudiendo asumir hipótesis de homogeneidad de varianza.

La Tabla 4.2 y la Tabla 4.3 muestran las estimaciones de los parámetros de los modelos ajustados para la variable respuesta absorción de agua y coeficiente de Los Ángeles,

respectivamente. Los parámetros α_i hacen referencia al factor tiempo de inmersión (0'; 10'; 20'; 30'; 40' y 60'), y los parámetros β_j al factor porcentaje de concentración (10% y 20%). El contraste de Shapiro-Wilk (CS-W) realizado en cada análisis para investigar la suposición de normalidad de los residuos del modelo tampoco proporcionó una evidencia estadística significativa para rechazarla.

Tabla 4.2. Estimaciones puntuales de los parámetros del modelo para la variable respuesta coeficiente de absorción de agua e intervalos de confianza del 95%

Método de secado	<i>p</i> -valor		Parámetro	Estimación	2,5%	97,5%
	CB	CS-W				
Estufa	0,87	0,90	μ_{11}	5,62	5,41	5,82
			α_2	-0,60	-0,87	-0,33
			α_3	-0,77	-1,05	-0,50
			α_4	-1,04	-1,31	-0,76
			α_5	-1,06	-1,33	-0,78
			α_6	-1,24	-1,51	-0,96
			β_2	-0,25	-0,41	-0,09
Aire	0,82	0,46	μ_{11}	5,57	5,40	5,74
			α_2	-0,73	-0,95	-0,50
			α_3	-0,75	-0,97	-0,53
			α_4	-0,78	-1,00	-0,56
			α_5	-0,82	-1,04	-0,60
			α_6	-0,87	-1,09	-0,64
			β_2	-0,16	-0,28	-0,03

Nota – **CB**: contraste de Barlett; **CS-W**: contraste de Shapiro-Wilk; μ_{11} : Media de coeficiente de absorción; α_i : factor tiempo de inmersión (0'; 10'; 20'; 30'; 40' y 60'); y β_j : factor porcentaje de concentración (10% y 20%)

Tabla 4.3. Estimaciones de los parámetros del modelo para la variable respuesta coeficiente de Los Ángeles e intervalos de confianza del 95%

Método de secado	<i>p</i> -valor		Parámetro	Estimación	2,5%	97,5%
	CB	CS-W				
Estufa	0,92	0,91	μ_{11}	31,23	30,07	32,38
			α_2	-5,05	-6,56	-3,54
			α_3	-6,15	-7,66	-4,64
			α_4	-6,45	-7,96	-4,94
			α_5	-7,50	-9,01	-5,99
			α_6	-8,10	-9,61	-6,59
			β_2	-2,05	-2,92	-1,18
Aire	0,98	0,89	μ_{11}	30,96	29,36	32,56
			α_2	-2,15	-4,24	-0,06
			α_3	-3,00	-5,09	-0,91
			α_4	-4,60	-6,69	-2,51
			α_5	-5,90	-7,99	-3,81
			α_6	-6,30	-8,39	-4,21
			β_2	-1,52	-2,72	-0,31

Nota – **CB**: contraste de Barlett; **CS-W**: contraste de Shapiro-Wilk; μ_{11} : Media de coeficiente de absorción; α_i : factor tiempo de inmersión (0°; 10°; 20°; 30°; 40° y 60°); y β_j : factor porcentaje de concentración (10% y 20%)

En cuanto a los niveles de los distintos factores, en la Tabla 4.2 y la Tabla 4.3 se pone de manifiesto que todos ellos producen un efecto significativo sobre las variables respuesta (WA₂₄ y LA) correspondientes, tanto para el método de secado en estufa como al aire. Los valores estimados de los parámetros α_i y β_j de los modelos analizados son negativos en todos los casos, por lo que la estimación del efecto relativo medio correspondiente a aplicar cualquier tratamiento provoca una reducción respecto a los valores de las variables respuestas en ARM sin tratar, tal y como se observaba en la Figura 4.1 y la Figura 4.2.

Adicionalmente, a través de las estimaciones de los parámetros del modelo se observa que las estimaciones del valor de la variable respuesta para las distintas combinaciones

de niveles de los dos factores en ambas propiedades y métodos de secado, disminuyen a medida que aumenta el tiempo de inmersión. Asimismo, la estimación del valor de la variable respuesta es inferior para el caso de inmersión de los ARM en la disolución con 20% de concentración frente al 10% de concentración. Por tanto, a través de este modelo estadístico se constata nuevamente que los tratamientos cuyos efectos produjeron las mayores reducciones del coeficiente de absorción de agua y del coeficiente de Los Ángeles fueron 20%-60'-O y 20%-60'-A.

Finalmente, las estimaciones de los efectos relativos medios correspondientes al tratamiento 20%-60'-O frente a ARM sin tratar fueron de -1,49% y -10,15% para los coeficientes de absorción de agua y coeficiente de Los Ángeles, respectivamente. Respecto, al tratamiento 20%-60'-A frente a ARM sin tratar los valores obtenidos fueron inferiores, adoptando un valor de -1,03% y -7,82% para WA₂₄ y LA, respectivamente.

4.1.2. Propiedades de los hormigones

4.1.2.1. Consistencia de los hormigones

La consistencia del hormigón convencional (CC) fue de 7,5 cm y para los de hormigones reciclados (RC-100, RC-100_O y RC-100_A) fue de 7,0 cm (ver Tabla 4.4). Estos resultados ponen de manifiesto que la trabajabilidad de los hormigones reciclados no se ve afectada por la inclusión de los ARM. Asimismo, los valores resultantes corresponden a una consistencia blanda (6 – 9 cm) según el CodE [1].

Tabla 4.4. Propiedades en estado fresco de los hormigones fabricados

Mezcla	Consistencia (cm)	Densidad estado fresco (kg/m ³)	Aire ocluido (%)
RC-100	7	2346	2,1
RC-100_O	7	2349	2,3
RC-100_A	7	2357	2,3

4.1.2.2. Densidad y aire ocluido

Los resultados de la densidad en estado fresco y del porcentaje de aire ocluido de las mezclas fabricadas se muestran en la Tabla 4.4. La incorporación de ARM optimizado no produce un aumento de la densidad en estado fresco para las mezclas RC-100_O y RC-100_A, ya que las diferencias encontradas con respecto a la mezcla con ARM sin tratar

RC-100 (0,3% y 0,5%, respectivamente) fueron menores. Este hecho se debe a que la formación alrededor de los ARM de una película de un espesor medio de $11,50 \pm 4,39 \mu\text{m}$ y $10,27 \pm 2,68 \mu\text{m}$ para los áridos reciclados tratados secados en estufa o al aire, respectivamente, como se comentaba en la sección 4.1.1.3, no consiguió dar lugar a un aumento de la densidad de los áridos reciclados tratados. Respecto al porcentaje de aire ocluido, la mezcla RC-100 presentó un valor de 2,1%. La introducción de ARM tratados conduce a un ligero aumento (del 9,5%) del porcentaje de aire ocluido con respecto a la mezcla que contiene el mismo árido sin tratar, que podría estar asociado a la menor cinética de absorción de agua de los áridos en los primeros minutos.

4.1.2.3. Resistencia a compresión

La Tabla 4.5 muestra los valores de resistencia a compresión a 7 y 28 días de curado, pudiéndose observar en primer lugar que todas las mezclas, independientemente de su esqueleto granular, presentan resistencias por encima de la resistencia característica de diseño ($f_{ck}=30$ MPa) o resistencia media ($f_{cmc}=38$ MPa) establecida sobre probetas cilíndricas de 15 cm (\varnothing) \times 30 cm (altura), siendo aptos para su uso en aplicaciones estructurales desde un punto de vista mecánico. Asimismo, se observa que la sustitución total de la grava natural (GN) por ARM, ya sean tratados/optimizados o sin tratar/optimizar, provoca un descenso máximo de 1,2% respecto al hormigón convencional (CC), es decir, un porcentaje de reducción mucho menor que el porcentaje de sustitución de AN por ARM (100%). Este hecho se puede atribuir a las propiedades de la interfase (ITZ) entre el ARM sin tratar/optimizar y la pasta, y a las propiedades de la ITZ entre el ARM tratado/optimizado y la pasta. El tratamiento de los ARM mediante el polímero crea una película alrededor del ARM (como se comentaba en la sección 4.1.1.3) que da lugar a una unión más débil entre el árido y la pasta que la que existe cuando el ARM no ha sido tratado, ya que la textura del ARM sin tratar favorece la unión con la matriz cementante.

Tabla 4.5. Resistencia mecánica de los hormigones fabricados

Mezcla/Edad	Resistencia a compresión (MPa)*		Resistencia a tracción (MPa)
	7 días	28 días	28 días
CC	47,78 \pm 0,02	51,20 \pm 0,18	3,47 \pm 0,30

Tabla 4.5. (Continuación de la Tabla en la página anterior)

RC-100	43,53±0,99	51,03±0,91	3,87±0,07
RC-100_O	44,30±0,56	50,47±0,07	3,75±0,27
RC-100_A	43,60±0,36	50,60±0,14	3,65±0,14

Nota – *La resistencia media a compresión (f_{cm}) es la correspondiente a probeta cúbica de 15x15x15 cm³. Para convertirla a probeta cilíndrica el valor mostrado deberá de ser multiplicada por un factor de 0,90

4.1.2.4. Resistencia a tracción

Los valores de la resistencia a tracción de los hormigones a 28 días se pueden observar en la Tabla 4.5, poniéndose de manifiesto que la incorporación del ARM supone un pequeño incremento en esta propiedad, siendo este de un 11,5%, un 8,1% y un 5,2% respecto al CC, para los hormigones RC-100, RC-100-O y RC-100-A, respectivamente. Este mejor comportamiento de los nuevos hormigones podría estar asociado a la mejor inclusión del ARM en la matriz cementante y al efecto de las micro-propiedades de la ITZ (especialmente el módulo elástico mínimo) entre los principales componentes (mortero adherido, árido desligado y material cerámico) del árido reciclado/pasta. Asimismo, se pone de manifiesto que la aplicación de los tratamientos provoca un pequeño descenso (<5,7%) de la resistencia para los nuevos hormigones respecto al RC-100, debido a una ITZ más débil entre los ARM tratados/optimizados y la pasta que entre los ARM sin tratar/optimizar y la pasta.

4.1.2.5. Parámetros resistentes

El porcentaje de contribución del ARM a las resistencias del hormigón a los 28 días de edad (P_{28}), es decir, los parámetros resistentes (ver Tabla 4.6), se han calculado de acuerdo con la metodología descrita en los estudios de Medina et al. [3] and Cachim [4]. De acuerdo con la nomenclatura utilizada por estos autores, el símbolo q identifica el porcentaje de árido grueso natural, mientras que R_b y R_r se refieren a las contribuciones del árido natural y el árido reciclado (AN, ARM, ARM-20%-O y ARM-20%-A) a la resistencia. En cuanto al símbolo P , este representa el porcentaje de contribución de los áridos reciclados a la resistencia del hormigón a los 28 días de edad. Si el valor de P es mayor que el porcentaje de sustitución de árido natural por árido reciclado (~40%), existe una contribución positiva del árido reciclado a la resistencia del hormigón.

Tabla 4.6. Índices resistentes de los hormigones fabricados

Resistencia	Mezcla	q	R _b	R _r	K	P _{28d}
Compresión	CC	100	0,51	0,00	1,00	0,00
	RC-100	59,33	0,86	0,35	1,68	40,48
	RC-100_O	59,33	0,85	0,34	1,66	39,81
	RC-100_A	59,33	0,85	0,34	1,67	39,97
Tensión	CC	100	0,03	0,00	0,07	0,00
	RC-100	59,33	0,07	0,03	0,13	46,80
	RC-100_O	59,33	0,07	0,03	0,13	47,88
	RC-100_A	59,33	0,06	0,03	0,12	44,36

Nota – $R_b = f_{cm}/q$ / $R_r = R_b - R_{b(RC)}$ / $P_{28} = 100 * (R_r/R_b)$; fcm resistencia media a compresión o tracción

En la Tabla 4.6 se muestran los resultados de los parámetros de resistencia a compresión y tracción de los hormigones a 28 días. Con la definición indicada anteriormente, se observa que la incorporación del árido reciclado sin tratar/optimizar (ARM) o tratado/optimizado (ARM-20%-O y ARM-20%-A) apenas tiene efecto negativo en la resistencia a compresión; y se pone de relieve que tienen un efecto positivo ($P > 40\%$) en la resistencia a tracción. Este efecto positivo es más significativo para los áridos tratados con polímero y secados en estufa (ARM-20%-O).

4.1.2.6. Indicadores de calidad: resistividad eléctrica y velocidad de pulsos ultrasónicos

En la Figura 4.5 se muestra la evolución temporal de la resistividad eléctrica de los hormigones diseñados en estado de saturación observándose que, independientemente del tipo de hormigón, este indicador indirecto de la durabilidad aumenta con el tiempo de curado. Este hecho resulta del proceso de hidratación del cemento que supone una densificación de la matriz cementante y consecuentemente un cambio en la estructura porosa [5, 6]. Asimismo, en la Figura 4.5 se puede ver que, a los 28 días de curado, la resistividad eléctrica del hormigón reciclado RC-100 se encuentra por debajo de la presentada por el hormigón convencional CC, con una disminución del 10%. Sin embargo, los hormigones fabricados con ARM tratados/optimizados alcanzan en el tiempo valores de resistividad superiores a los del hormigón fabricado con árido natural (HC) y con ARM sin tratar (RC-100). De este modo, a los 28 días de curado la resistividad eléctrica de los hormigones RC-100_O y RC-100_A se encontró un 15% y un 19% por

encima de la resistividad del RC-100, respectivamente. Esto se debe a la formación de la película exterior que se crea a nivel superficial de los áridos, la cual provoca una reducción de la porosidad de la superficie de los ARM con el tratamiento, así como una menor conectividad de la red porosa, reduciendo el transporte de iones en el interior del hormigón e incrementando la durabilidad de estos nuevos hormigones.

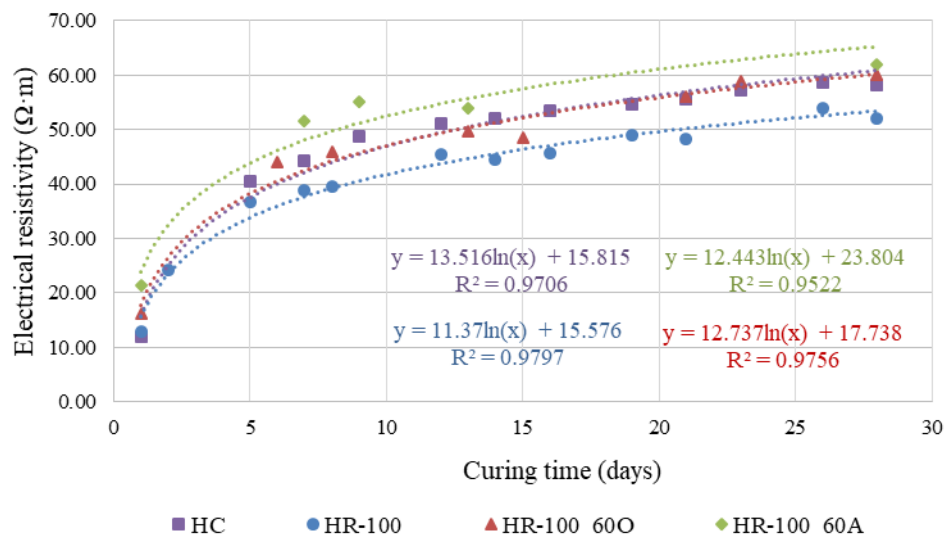


Figura 4.5. Resistividad eléctrica de los hormigones estudiados

Respecto a la velocidad de los pulsos ultrasónicos (UPV) la Tabla 4.7 muestra los valores obtenidos en los hormigones a los 7 y 28 días de curado. En ella se observa que RC-100 presentó un valor UPV ligeramente por debajo de HC (<1%), coincidiendo con lo esperado de acuerdo a los resultados de resistencia a compresión indicados anteriormente (véase punto 4.1.2.3). La aplicación del tratamiento dio lugar a una mejora del 8% y el 1% para los hormigones RC-100_O y RC-100_A, respecto a RC-100 a los 28 días de curado, lo que significa un mayor incremento en el caso de utilizar el tratamiento de secado en estufa (ARM-20%-O).

Tabla 4.7. UPV y profundidad de penetración de agua bajo presión de los hormigones

Mezcla/Edad	UPV (m/s)		Penetración (mm)	
	7 d	28 d	P _{máx}	P _{media}
CC	4159	4693	12,52	5,98
RC-100	4118	4652	17,62	8,26
RC-100_O	4511	5026	12,19	5,89
RC-100_A	4477	4715	10,52	3,45

Por último, según la clasificación propuesta por Saint-Pierre et al. [7] se considera que valores de UPV mayores a 4500 m/s corresponden a hormigones de excelentes calidades, por lo que todos los hormigones analizados se encuentran dentro de esta categoría. Este hecho corrobora nuevamente que el tratamiento superficial de ARM mejora la calidad de los hormigones reciclados.

4.1.2.7. Permeabilidad al agua bajo presión

La Tabla 4.7 muestra los resultados de profundidad máxima ($P_{\text{máx}}$) y media (P_{media}) de penetración de agua bajo presión, poniéndose de manifiesto que, independientemente del tipo de hormigón, los valores registrados se encuentran por debajo de los límites establecidos ($P_{\text{máx}} \leq 30$ mm y $P_{\text{media}} \leq 20$ mm) por el CodE [1] para las clases de exposición ambiental más agresivas. Por tanto, la estructura porosa de estos hormigones reciclados garantiza una adecuada impermeabilidad durante su vida de servicio. Sin embargo, el HR-100 presentó valores de penetración máxima y media de agua bajo presión un 41% y un 38% superiores a los registrados para el CC. En la Figura 4.6 se muestran las imágenes del frente de penetración de las probetas fabricadas para los hormigones RC-100, RC-100_O y RC-100_A. La aplicación del tratamiento en los ARM y su incorporación en el hormigón condujo a un descenso de la profundidad de penetración máxima del 31% y del 40% en las mezclas RC-100_O y RC-100_A, respectivamente, frente a RC-100; y del 29% y el 58% en cuanto a la profundidad media. Gracias a ello, la impermeabilidad de RC-100_A, que como se puede observar en la Tabla 4.7 es el hormigón con ARM tratados que obtiene los mejores resultados, fue considerablemente superior a la de CC. Esto se debe a que la penetración depende del diámetro medio de los poros, el volumen de macroporos y la porosidad total, entre otros factores [8]. Por tanto, la formación de la película impermeable alrededor de los áridos con motivo de su impregnación en el polímero podría estar reduciendo la interconexión entre macroporos y su capacidad de absorción de agua, y consecuentemente la del hormigón.

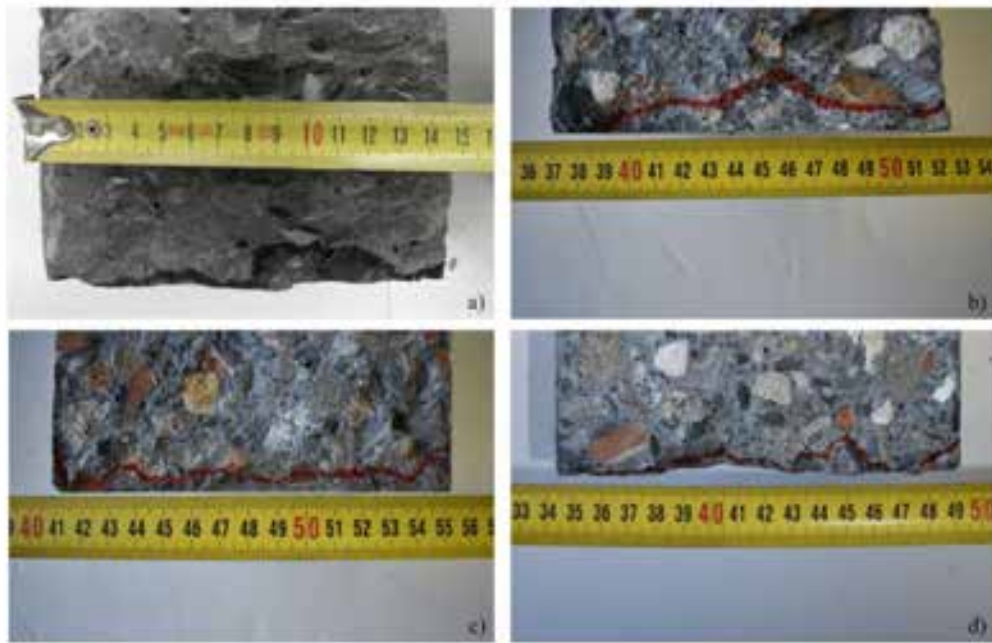


Figura 4.6. Frentes de penetración del agua bajo presión en los hormigones: a) RC-100; b) RC-100_O y c) RC-100_A

La Tabla 4.8 muestra los coeficientes de permeabilidad al agua de los hormigones ensayados. Este coeficiente fue calculado a partir de la Ecuación 1:

$$K_w = \frac{d_p^2 \times \delta}{2 \times h \times t} \quad (\text{Eq.1})$$

donde: i) K_w es el coeficiente de permeabilidad al agua (m/s); ii) d_p es la profundidad máxima de penetración de agua (m); iii) δ es la porosidad abierta (%); iv) t es el tiempo necesario para penetrar una profundidad d_p (s); y v) h es la altura de la columna de agua (m).

Los valores obtenidos de K_w en el RC-100_O y RC-100_A son inferiores al coeficiente obtenido para el hormigón RC-100 ($1,6 \cdot 10^{-10}$ m/s), con un descenso del 53,8% y el 64,4%, respectivamente ($7,4 \cdot 10^{-11}$ y $5,7 \cdot 10^{-11}$ m/s); encontrándose muy próximos al valor límite de $1 \cdot 10^{-12}$ m/s indicado por el Comité Euro-International du Béton, CEB-FIP [9] para hormigones de buena calidad; y de $1,5 \cdot 10^{-11}$ m/s por Kumar Mehta and Monteiro [10] para hormigones de resistencia moderada (tamaño máximo de árido 38 mm, 356 kg/m³ de cemento y w/c=0,5).

Tabla 4.8. Coeficientes de permeabilidad al agua de los hormigones

Mezcla/Edad	K_w (m/s)	W_t (% en peso)
RC-100	$1,6 \cdot 10^{-10}$	6,39
RC-100_O	$7,4 \cdot 10^{-11}$	4,94
RC-100_A	$5,7 \cdot 10^{-11}$	6,15

Nota – K_w : coeficiente de permeabilidad al agua; W_t : coeficiente de absorción de agua por inmersión

4.1.2.8. Efecto del tratamiento en las propiedades mecánicas y permeabilidad al agua (análisis estadístico)

La Tabla 4.9 recoge los resultados del ANOVA con un factor realizado para las variables respuesta resistencia a compresión, resistencia a tracción y permeabilidad al agua (penetraciones máxima y media). En todos los análisis se pone de manifiesto que no existe evidencia estadística significativa para rechazar la suposición de homocedasticidad (CB) ni de normalidad (C de S-W), a través de p -valores superiores a 0,05. En la Tabla 4.10 se muestran los valores obtenidos al aplicar el método “Honest Significant Difference” de Tukey (HSD) para realizar comparaciones múltiples entre las medias de los distintos niveles del factor método de secado y determinar si su diferencia es significativa.

Respecto a la resistencia a compresión y la resistencia a tracción, los p -valores (P adj) superiores a 0,05 para el contraste de hipótesis del método Tukey (HSD) determinaron que no existe evidencia estadística significativa para rechazar la hipótesis de que la diferencia entre las medias de la variable respuesta para cada nivel del factor sea 0. Por lo tanto, la aplicación del tratamiento y la utilización del método de secado en estufa o al aire no influyen de forma significativa en la resistencia de los nuevos hormigones.

En cambio, los p -valores (P adj) por debajo de 0,05 para el contraste de hipótesis del método Tukey (HSD) determinaron que sí existe evidencia estadística significativa para rechazar la hipótesis de que la diferencia entre las medias de la variable respuesta para cada nivel del factor sea 0. En consecuencia, tanto la aplicación del tratamiento como la elección del secado en estufa o al aire influyen de forma significativa en las profundidades de penetración (máxima y media) de agua bajo presión en los hormigones, y por tanto, en

la permeabilidad. La estimación del efecto que tiene aplicar el tratamiento con secado en estufa (RC-100_O – RC-100) es la disminución de las profundidades de penetración máxima y media de agua bajo presión de -5,43 mm y -2,37 mm, respectivamente; y de -7,10 mm y -4,81 mm en el caso del tratamiento con secado al aire (RC-100_A – RC-100). Por último, la estimación del efecto que tiene elegir el método de secado al aire en lugar del secado en estufa (RC-100_A – RC-100_O) es la disminución de las profundidades de penetración máxima y media de agua bajo presión de -1,67 mm y -2,44 mm, respectivamente. Por este motivo, el método de secado al aire es el óptimo para reducir la permeabilidad de los nuevos hormigones.

Tabla 4.9. Parámetros estadísticos del ANOVA test, intervalos de confianza del 95% y suposiciones del modelo

Propiedad	Mezcla	Parámetro	<i>p</i> -valor CB	Pr	Intervalos		<i>p</i> -valor C S-W
					2,5	97,5	
Resistencia a compresión	RC-100	μ_{11}		<0,05	50,44	51,56	
	RC-100_60O	α_2	0,46	0,17	-1,29	0,29	0,89
	RC-100_60A	α_3		0,23	-1,23	0,36	
Resistencia a tracción	RC-100	μ_{11}		<0,05	3,73	4,02	
	RC-100_60O	α_2	0,53	0,19	-0,33	0,08	0,91
	RC-100_60A	α_3		0,04	-0,42	-0,02	
$P_{\text{máx}}$ de penetración de agua bajo presión	RC-100	μ_{11}		<0,05	15,65	19,59	
	RC-100_60O	α_2	0,36	<0,05	-8,22	-2,64	0,07
	RC-100_60A	α_3		<0,05	-9,89	-4,31	
P_{media} de penetración de agua bajo presión	RC-100	μ_{11}		<0,05	7,40	9,12	
	RC-100_60O	α_2	0,37	<0,05	-3,59	-1,16	0,73
	RC-100_60A	α_3		<0,05	-6,03	-3,60	

Tabla 4.10. Resultados del test HSD de Tukey

Comparación múltiple entre tratamientos	Resistencia a compresión (MPa)		Resistencia a tracción (MPa)		P _{máx} de penetración de agua bajo presión (mm)		P _{media} de penetración de agua bajo presión (mm)	
	diff	P adj	diff	P adj	diff	P adj	diff	P adj
RC-100_60O – RC-100	-0,08	0,94	-0,12	0,36	-5,43	<0,05	-2,37	<0,05
RC-100_60A – RC-100	0,05	0,98	-0,22	0,08	-7,10	<0,05	-4,81	<0,05
RC-100_60A – RC-100_60O	0,13	0,85	-0,10	0,51	-1,67	<0,05	-2,44	<0,05

4.1.2.9. Absorción total de agua

La absorción total de agua se trata de una propiedad que, de acuerdo con la clasificación propuesta por CEB-FIP [9], permite estimar la calidad del hormigón, de manera que puede utilizarse como indicador de la durabilidad del hormigón reciclado. En la Tabla 4.8 se puede observar el valor del coeficiente de absorción total de agua para RC-100 (6,39%). En cuanto al efecto de la incorporación de ARM tratado/optimizado, se pone de manifiesto el efecto beneficioso del tratamiento, registrándose un descenso de la absorción total de agua para las mezclas RC-100_O y RC-100_A del 22,7% y el 3,8% respecto al RC-100, respectivamente. Este comportamiento estaría asociado al efecto que tiene este tratamiento sobre el coeficiente de absorción de agua del ARM, así como el hecho de la formación de una película impermeable alrededor de los áridos con motivo de su impregnación en el polímero reduciendo la interconexión entre macroporos y ejerciendo un efecto barrera. Finalmente, a la luz de los valores obtenidos y de acuerdo con Bravo et al. [11], los hormigones que presentan una absorción de agua de hasta el 10% se consideran hormigones de calidad y pueden utilizarse en un amplio rango de aplicaciones, incluido el hormigón estructural.

4.1.2.10. Absorción capilar de agua

La Figura 4.7 representa la curva de absorción capilar de cada una de las mezclas analizadas como la ganancia de peso por unidad de superficie en función del tiempo. En

ella se observa que la curva obtenida, independientemente del tipo de hormigón, se caracteriza por presentar dos fases, una etapa primaria en las primeras 6 h de ensayo, en las que la absorción de agua provoca un incremento de peso rápido y, posteriormente, una segunda fase (t = 6 h a 216 h) en la que se observa una ralentización en la ganancia de peso. En la primera fase mencionada (t≤6h) tiene lugar la penetración de agua unidireccional desde el exterior del hormigón hacia el interior del mismo a través de su red capilar, y se produce el llenado de los poros capilares desde la superficie del hormigón en contacto con el agua; mientras que en la segunda fase se produce un proceso de difusión y disolución del aire de los poros de aire a través de la continuidad del llenado.

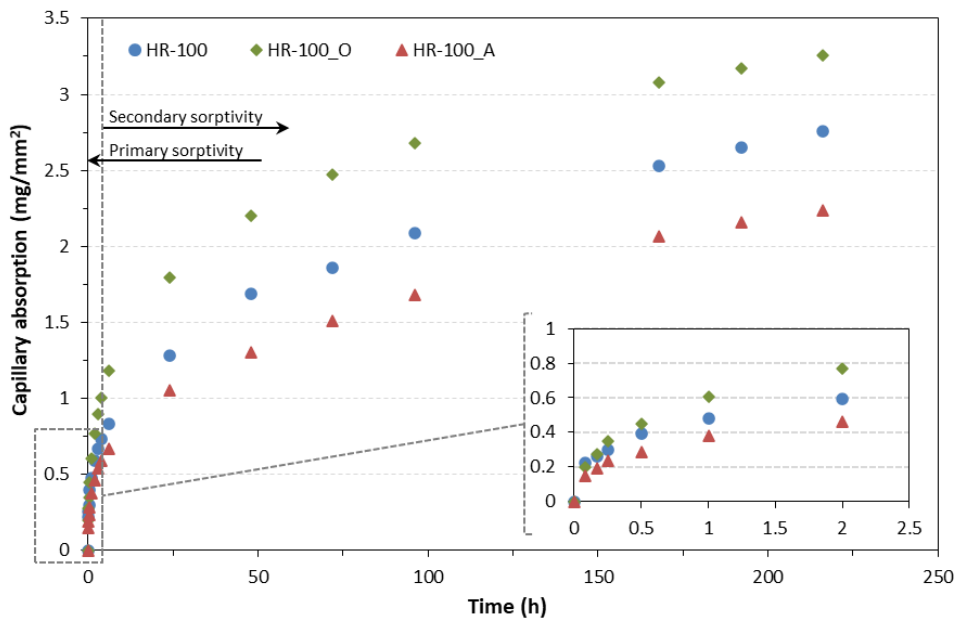


Figura 4.7. Curva de absorción capilar obtenida de forma experimental

La Tabla 4.11 recoge los valores de coeficientes de capilaridad y sorptividad de los hormigones estudiados. Los coeficientes de capilaridad, K_c , fueron calculados de acuerdo a la Ecuación (2).

$$K_c = \frac{\delta_a \cdot \varepsilon_e}{10 \cdot \sqrt{m}} \quad (\text{Eq.2})$$

donde:

- i) K_c es el coeficiente de capilaridad en $\text{mg}/(\text{mm}^2 \text{min}^{0,5})$; ii) $\varepsilon_e = \frac{Q_n - Q_0}{A \cdot h \cdot \delta_a}$; iii) $m = \frac{t_n}{h^2}$; iv) δ_a , densidad del agua (g/cm^3); v) ε_e , porosidad efectiva; vi) m , resistencia a la penetración de agua debido a la absorción capilar (min/cm^2); vii) Q_n , peso de la probeta al alcanzar la saturación (g); viii) Q_0 , peso de la probeta antes del ensayo (g); ix) A , superficie de

contacto de la probeta (cm^2); x) h , altura de la probeta (cm); xi) t_n , tiempo de saturación (min).

Los coeficientes de sorptividad se calculan como la pendiente de las curvas de regresión asociadas a las curvas de absorción capilar empíricas / raíz cuadrada del tiempo ($t^{0,5}$) o raíz cuarta del tiempo ($t^{0,25}$) en las primeras dos horas de ensayo.

Tabla 4.11. Coeficientes de capilaridad y sorptividad en función de la raíz cuadrada y la raíz cuarta del tiempo de las mezclas estudiadas

Mezcla	K_c ($\text{mg}/(\text{mm}^2\text{min}^{0,5})$)	$S^{0,5}$ ($\text{mm}/\text{h}^{0,5}$)	R^2 ($S^{0,5}$)	$S^{0,25}$ ($\text{mm}/\text{h}^{0,25}$)	R^2 ($S^{0,25}$)
RC-100	0,000243	0,334	0,9884	0,584	0,9966
RC-100_O	0,000278	0,505	0,9897	0,882	0,9983
RC-100_A	0,000201	0,278	0,9869	0,487	0,9967

Nota – K_c : coeficiente de capilaridad; **S:** sorptividad

En la Tabla 4.11 se pueden comparar los valores de sorptividad obtenidos para cada una de las mezclas en contacto con agua por una cara durante 2 h usando la raíz cuadrada del tiempo ($t^{0,5}$) o la raíz cuarta del tiempo ($t^{0,25}$), junto a sus correspondientes coeficientes de regresión. En el caso de los resultados de sorptividad $S^{0,5}$ ($\text{mm}/\text{h}^{0,5}$), calculados para las mezclas RC-100, RC-100_O y RC-100_A, los valores R^2 fueron 0,9884; 0,9897 y 0,9869, respectivamente; mientras que en el caso de los resultados de sorptividad $S^{0,25}$ ($\text{mm}/\text{h}^{0,25}$) los valores R^2 fueron 0,9966; 0,9983 y 0,9967, respectivamente. Estos resultados ponen de manifiesto que R^2 ($S^{0,25}$) > R^2 ($S^{0,5}$) y que un excelente ajuste lineal se alcanza utilizando la raíz cuarta del tiempo ($t^{0,25}$).

Finalmente, respecto a la aplicación del tratamiento, la mezcla que incorpora los áridos tratados con secado al aire (RC-100_A) dio lugar a un descenso de la sorptividad del 16,8% frente al uso de los ARM sin tratar (RC-100); mientras que en el caso de la mezcla RC-100_O, con los áridos tratados secados en estufa no se aprecia una reducción en la absorción capilar. Este comportamiento registrado para la mezcla RC-100_0 estaría estrechamente relacionado con el grado de conectividad de la red capilar de poros presente en estos nuevos hormigones.

4.1.2.11. Permeabilidad al oxígeno

La Figura 4.8 muestra los valores del coeficiente de permeabilidad al oxígeno, K_a , de los hormigones ensayados, obtenidos a partir de la Ecuación 3:

$$K_a = \frac{1,14 \times 10^{-4} \times Q \times p_a}{p^2 - p_a^2} \quad (\text{Eq.3})$$

donde: i) K_a es el coeficiente de permeabilidad al oxígeno (m^2); ii) Q es el flujo de oxígeno que atraviesa la probeta (m^3/s); iii) p_a es la presión atmosférica (N/m^2); y iv) p es la presión aplicada en el ensayo (N/m^2).

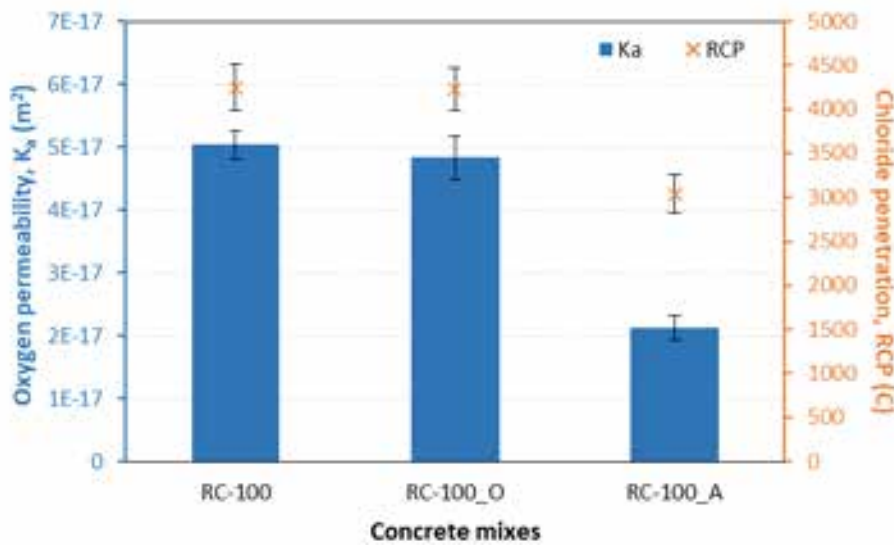


Figura 4.8. Permeabilidad al oxígeno y resistencia a la penetración de cloruros a 28 días

En la Figura 4.8, se observa que el hormigón RC-100 presenta un coeficiente de permeabilidad $K_a=5,040 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$. Asimismo, la utilización de ARM tratados dio lugar a un ligero descenso de la permeabilidad al oxígeno en el caso de la mezcla RC-100_O, del 4,2%; mientras que en el caso de la mezcla RC-100_A se produjo una reducción del 57,9%. Este resultado es acorde a lo observado para las propiedades durables de penetración de agua bajo presión y absorción capilar; y muestra que la aplicación de esta técnica introduce una mejora muy significativa en la reducción de la permeabilidad y porosidad de los hormigones reciclados.

4.1.2.12. Resistencia a la penetración de cloruros

Los resultados de penetración de cloruros en los hormigones estudiados, obtenidos mediante el ensayo acelerado de migración de cloruros (rapid chloride permeability test, RCPT), se muestran en la Figura 4.8. Para la mezcla de referencia con ARM sin

tratar/optimizar se obtiene un valor de 4246 C. La aplicación del tratamiento no produjo una reducción significativa de la penetración de cloruros en el caso de la mezcla RC-100_O, mientras que dicha penetración fue un 28,4% inferior para la mezcla RC-100_A (3039 C) frente a la de referencia con ARM sin tratar (4246 C). De nuevo se observa una mayor mejora cuando se utiliza el método de secado al aire (A) que al emplear el secado en estufa (O), siendo este resultado coherente con lo observado para las propiedades durables de penetración de agua bajo presión, absorción capilar y permeabilidad al oxígeno.

4.1.2.13. Microestructura

La Figura 4.9 muestra las propiedades del sistema poroso (volumen de macroporos y poros capilares, así como tamaño medio de poro) de los hormigones investigados, observándose que los hormigones RC-100_O y RC-100_A tienen una menor porosidad total (vol. macroporos + vol. capilares) que el RC-100, con un descenso de un 3,5% y 11,3% respecto al RC-100, respectivamente.

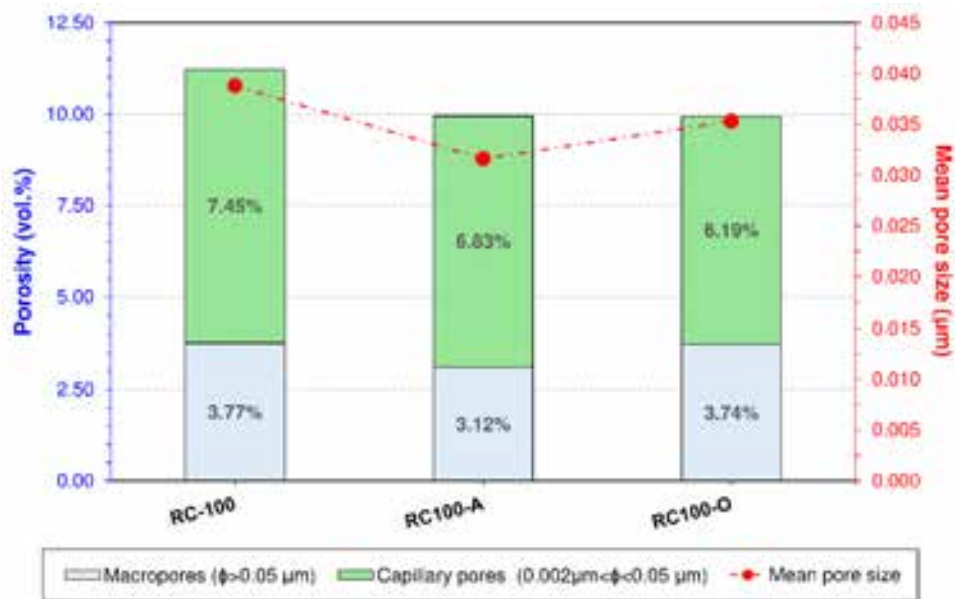


Figura 4.9. Propiedades del sistema poroso de los hormigones

En cuanto a la distribución de tamaño de poro, se registra que la aplicación del tratamiento en base polímero de los ARM provoca un refinamiento del sistema poroso y una disminución de los poros capilares y macroporos de los hormigones reciclados, debido principalmente al efecto de que tiene la penetración del polímero en el sistema poroso de los áridos reciclados, así como el sellado parcial o total de microfisuras. Todo ello se traduce en hormigones menos porosos y con un sistema poroso más cerrado. Asimismo,

el descenso experimentado en el volumen de poros capilares (mesoporos) se sitúa en el RC-100_O y RC-100_A en un 16,9% y 8,3% respecto al RC-100, y en el caso de los macroporos para el RC-100_O y RC-100_A este descenso se sitúa en un 0,8% y 17,3% respecto al RC-100, respectivamente.

Finalmente, tal y como se observó en los apartados anteriores, el tratamiento/optimización del ARM tiene un efecto positivo en las propiedades durables, estando estos resultados asociados directamente al efecto que tiene el sistema poroso sobre los indicadores que definen la permeabilidad de los hormigones. A este respecto cabe indicar que: i) el menor coeficiente de permeabilidad al agua está directamente asociado a la menor porosidad total de los nuevos hormigones reciclados con un factor de correlación lineal entre ambos parámetros de $R^2=0,86$; ii) la menor absorción total de agua de los hormigones con ARM tratado está vinculada a la menor porosidad total y al menor volumen de macroporos con un factor de correlación lineal de $R^2=0,98$ y $R^2=0,99$, respectivamente; iii) la sorptividad estaría asociada más directamente a la conectividad del sistema poroso que a la distribución de tamaño de poro; iv) la disminución de la penetración de cloruros y permeabilidad al oxígeno se encuentra vinculada a la menor conectividad (menor volumen de poros capilares) del sistema poroso, presentando un $R^2=0,77$ y $R^2=0,86$, respectivamente.

La Figura 4.10 muestra la microestructura de los hormigones reciclados (RC-100, RC-100_A y RC-100_O) y la ITZs entre el árido reciclado mixto sin tratar y tratado y la pasta (matriz cementante).

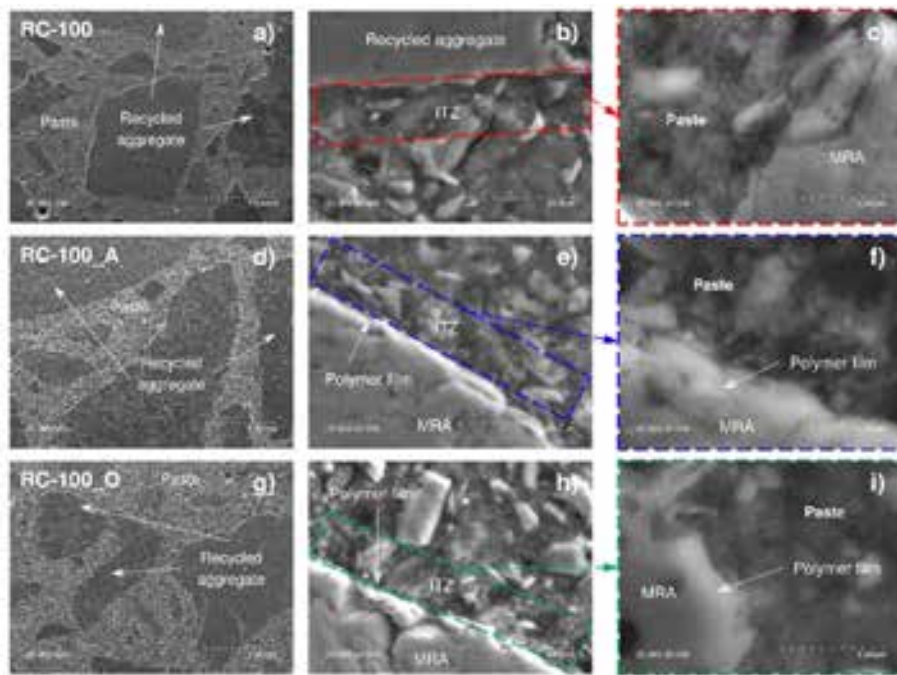


Figura 4.10. Micrografías de los hormigones reciclados: a, d y g) Morfología de los hormigones reciclados (x 30 aumentos); b, e y h) ITZ del ARM sin tratar y tratado/pasta (x2500 aumentos); y c, f e i) Zoom de la ITZ (x9000 aumentos)

En la Figura 4.10 a), d) y g) se muestra el aspecto de la matriz cementante (paste) así como la inclusión de los ARM en la misma. Asimismo, se pone de manifiesto que la incorporación del ARM tratado, independientemente del procedimiento de aplicación del polímero, no provoca una modificación en la microestructura de la matriz no apreciándose un aumento de coqueas o poros de aire resultante de un mal proceso de compactación y de dosificación. En la Figura 4.10 b), e) y h) se representa la ITZ de ARM sin tratar, ARM tratado y secado al aire y ARM tratado y secado en estufa, respectivamente. En ella se observa que los ARM tratados presenta una película de polímero a su alrededor, no interfiriendo en su inclusión en la matriz cementante. Finalmente, en la Figura 4.10 c), f) y i) se muestra un zoom de las ITZs observándose que no existen diferencias entre ellas, así como la existencia de un recubrimiento superficial (película de polímero) en el ARM tratado que dificulta la conexión de las estructuras porosas de la matriz cementante y del árido reciclado.

4.2. Estudio de los eco-cementos/eco-morteros fabricados con cenizas de biomasa de fondo o polvo mixto de residuos de construcción y demolición

En esta sección se describen los resultados obtenidos en la fase referida a la investigación de las cenizas de biomasa de fondo (BBA-B), y el polvo mixto de residuos de construcción y demolición (CDWm-R) como adiciones en eco-cementos binarios; así como al análisis de las propiedades mecánicas y microestructurales de los eco-cementos/eco-morteros binarios fabricados con estos dos residuos.

4.2.1. Caracterización de las cenizas de biomasa de fondo y el polvo mixto de residuos de construcción y demolición

4.2.1.1. Caracterización química y mineralógica

La Tabla 4.12 muestra la composición química de las nuevas adiciones o SCMs investigadas (BBA-B y CDWm-R), junto a las especificaciones exigidas por la norma ASTM C618 para las cenizas volantes procedentes de la combustión y puzolanas naturales calcinadas [12] y la norma EN 450-1 para cenizas volantes [13]. En ella se observa que el óxido mayoritario en ambas SCMs es el SiO₂ con un contenido en peso para la BBA-B y CDWm-R de ~57%, seguido por el CaO que alcanza un valor de ~15% (BBA-B) y el ~11% (CDWm-R). Asimismo, en función de la SCMs, se observa que en la BBA-B el K₂O y el Al₂O₃, y en el CDWm-R el Al₂O₃, el Fe₂O₃ y el K₂O se encuentran en un porcentaje mayor o igual a un 3% en peso. En cuanto al valor de la sílice reactiva presente en BBA-B y CDWm-R, este es de ~43% y ~16% en peso, respectivamente.

Tabla 4.12. Composición química de las adiciones BBA-B y CDWm-R

Óxidos (% peso)	BBA-B	CDWm-R
SiO ₂	56,55	56,59
Al ₂ O ₃	3,46	10,97
Fe ₂ O ₃	1,92	3,34
CaO	14,72	11,22
MgO ^b	2,09	1,97
P ₂ O ₅ ^b	1,59	0,18
SO ₃ ^a	1,45	0,61

Tabla 4.12. (Continuación de la Tabla en la página anterior)

K ₂ O	9,96	3,20
Na ₂ O	2,00	1,49
Cl ^a	0,58	0,02
TiO ₂	0,29	0,48
Cr ₂ O ₃	0,01	0,03
MnO	0,13	0,04
ZnO	0,01	0,04
LOI ^a	4,42	9,70
Others	0,83	0,12
SiO ₂ + Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃ ^a	62,50	70,91
CaO libre	0,20	nd
CaO reactivo	7,05	nd

Nota – LOI: pérdida al fuego; **nd:** no determinado; ^a requerimiento químico según ASTM C618 para cenizas volantes y puzolanas naturales (al natural o calcinadas); y ^b requerimiento químico adicional según EN 450-1 para cenizas volantes

Respecto a la estructura cristalina de las nuevas SCMs, en la Figura 4.11 se observa que la BBA-B tiene una estructura menos cristalina que la de CDWm-R. En cuanto al difractograma presentado por las cenizas de biomasa de fondo (BBA-B), se identifica un halo amorfo en el rango de $2\theta = 20^\circ - 35^\circ$ debido, probablemente, a la sílice amorfa (sílice reactiva), así como picos característicos de cristobalita y cuarzo. Paralelamente, se identifican otras fases cristalinas como calcita, silvita, apatita, P₂O₅, mulita y feldespatos (microclina y albita). Por otro lado, el polvo mixto de residuos de construcción y demolición (CDWm-R) presenta como fases cristalinas cuarzo, hematitas, calcita, dolomita, illita y feldespatos (albita, microclina y ortoclase).

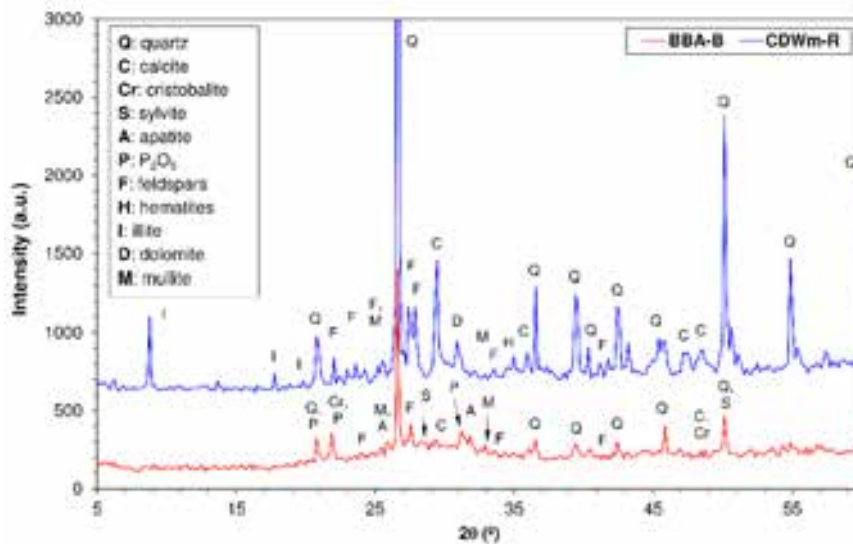


Figura 4.11. Patrones de difracción de rayos X (XRD) correspondientes a las adiciones BBA-B y CDWm-R

4.2.1.2. Granulometría

De acuerdo con la distribución de partículas de los residuos empleados y el cemento Portland (BBA-B, CDWm-R y OPC), las SCMs analizadas presentan una distribución granulométrica similar, mostrando $d(0,1)$ de 3,92 μm y 3,08 μm ; $d(0,5)$ de 15,4 μm y 13,5 μm ; y $d(0,9)$ de 36,9 μm y 37,8 μm para BBA-B y CDWm-R, respectivamente. Asimismo, OPC presenta $d(0,1)$ de 2,41 μm ; $d(0,5)$ de 17,1 μm y $d(0,9)$ de 48,7 μm .

4.2.1.3. Capacidad de fijar cal

La Figura 4.12 muestra la evolución de la actividad puzolánica del residuo de cenizas de biomasa de fondo (BBA-B), el residuo de polvo mixto de RCD (CDWm-R), así como de la mezcla de ambos (BBA-B+CDWm-R, 1:1); observándose un comportamiento diferente en función de la tipología de residuo y la edad de ensayo. Se constata que la nueva SCM procedente de BBA (BBA-B) presenta una mayor capacidad de fijar cal que la procedente de RCD (CDWm-R), llegando a fijar a los 28 días y 90 días más de un 90% de cal. Sin embargo, el residuo CDWm-R, tiene una capacidad de fijar cal a los 28 días y 90 días de un ~54% y ~69%, respectivamente. Este comportamiento está directamente relacionado con la composición mineralógica de los residuos (ver Figura 4.11), especialmente con la presencia de material amorfo (BBA-B_{sílice reactiva} >> CDWm-R_{sílice reactiva}), que tiene capacidad de reaccionar con el $\text{Ca}(\text{OH})_2$ existente en el medio para dar lugar a geles C-S-H [14]. Respecto a la cal fijada por la mezcla de las adiciones (BBA-

B+CDWm-R, 1:1), se puede observar en la Figura 4.12 un incremento a medida que aumenta el tiempo de contacto con la disolución saturada de cal, exhibiendo una baja actividad puzolánica a cortas edades (<28 d) al igual que ocurre con cada residuo de forma independiente; pero llegando a fijar mayores contenidos de cal tras 28 días, por encima del 80%. En cuanto a los valores obtenidos a larga edad (>28 d), en comparación con los registrados para cada una de las adiciones (sistema BBA-B o CDWm-R/disolución saturada de cal), los porcentajes de cal fijada para la mezcla conjunta de ambas adiciones son inferiores a los registrados en el caso de BBA-B y superiores a los obtenidos para CDWm-R: $B_{28d,90d} > BR_{28d,90d} > R_{28d,90d}$. Esto se debe al mayor contenido en sílice amorfa (reactiva) de la adición BBA-B frente a la adición CDWm-R, la cual es capaz de reaccionar, a medida que avanza el proceso de hidratación, con el hidróxido cálcico presente en el sistema dando lugar a geles C-S-H.

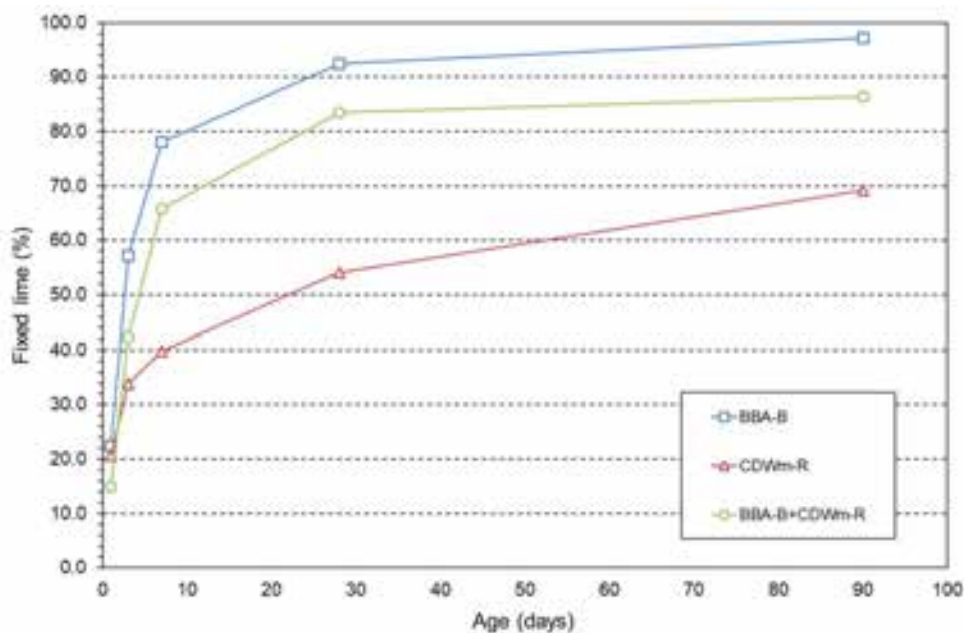


Figura 4.12. Capacidad de fijar cal en función del tiempo para las SCMs (BBA-B, CDWm-R y BBA-B+CDWm-R 1:1)

4.2.2. Propiedades de los eco-cementos/eco-morteros binarios fabricados con de las cenizas de biomasa de fondo o el polvo mixto de residuos de construcción y demolición

4.2.2.1. Puzolanicidad

En la Figura 4.13 se muestran los resultados del ensayo de puzolanicidad de los nuevos cementos binarios (OPC, B5, B10, B15, B20, R5, R10, R15 y R20) diseñados, a 8 días y 15 días de ensayo. En ella se puede observar que a los 8 días todos los cementos, excepto

el eco-cemento B20, se encuentran ligeramente por encima de la curva de solubilidad de CaO mostrando, en función del tipo de SCMs (BBA-B o CDWm-R), un desplazamiento hacia la derecha (BBA-B) o izquierda (CDWm-R) respecto al cemento patrón (OPC) sobre la curva $[CaO]/[OH]^-$. Este desplazamiento es mayor a medida que aumenta el porcentaje de sustitución, independientemente de la SCMs.

Respecto a los 15 días, de nuevo se aprecia que todos los nuevos cementos que incorporan parcialmente CDWm-R se encuentran por encima de la curva de solubilidad, lo que constata que su capacidad de fijar cal es pequeña (véase punto 4.2.1.3), no provocando una reducción significativa del contenido de Ca^{2+} . Por lo tanto, según lo recogido en la norma EN 197-1 [15], las mezclas R15 y R20 no se podrían catalogar como cementos puzolánicos (clase IV/A). En cuanto a las mezclas con BBA-B, se aprecia que los cementos con un 5% de BBA-B se encuentran por encima de la curva de solubilidad, mientras que el resto de mezclas (B10, B15 y B20) se sitúan por debajo de la misma. Este comportamiento está estrechamente relacionado con la reducción del contenido de Ca^{2+} liberado en el proceso de hidratación como resultado de la reacción puzolánica que tiene lugar entre SCM (B) y la portlandita (CH). Por lo tanto, según lo indicado en la norma EN 197-1 [15], los eco-cementos B15 y B20 se podrían catalogar como cementos puzolánicos (clase IV/A).

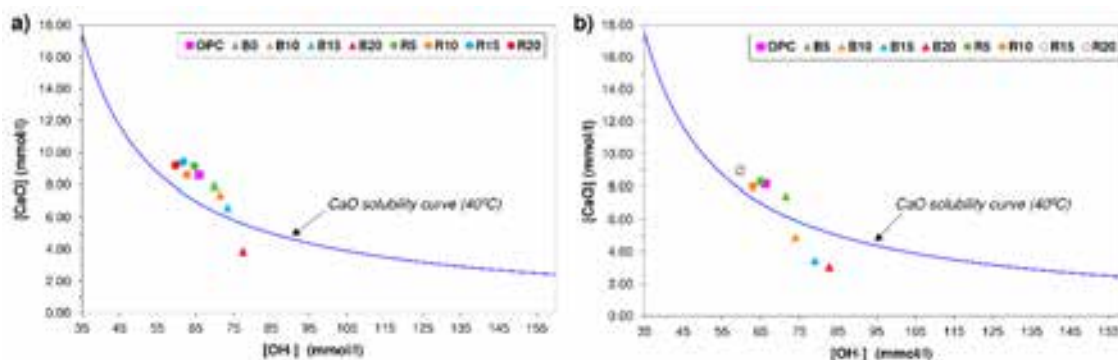


Figura 4.13. Puzolanicidad de los cementos binarios según el ensayo de Frattini a las edades de: a) 8 d; y b) 15 d

4.2.2.2. Índice resistente

La Tabla 4.13 muestra el índice resistente (SAI) de los morteros binarios con un 25% de SCMs (BBA-B o CDWm-R) y 20% de SCMs (BBA-B o CDWm-R), comprobándose los requisitos establecidos en las normas EN 450-1 [13] y ASTM C618 [12] para cenizas volantes y cenizas de combustión y/o puzolanas naturales, respectivamente. Respecto a

la BBA-B, se pone de manifiesto el cumplimiento de los requisitos establecidos por la norma EN 450-1 ($SAI_{28d} \geq 75\%$ y $SAI_{90d} \geq 85\%$) para ceniza volante y la norma ASTM C618 ($SAI_{7d} \geq 75\%$ y $SAI_{28d} \geq 75\%$) para ceniza de combustión clase C. Los eco-morteros binarios diseñados con CDWm-R cumplen solamente los requisitos establecidos por la norma ASTM C618 ($SAI_{7d} \geq 75\%$ and $SAI_{28d} \geq 75\%$) para puzolanas naturales tipo N.

Tabla 4.13. Índice resistente de los eco-morteros con BBA-B, CDWm-R y BBA-B+CDWm-R (1:1)

Mezcla	Resistencia a compresión (MPa)			SAI (%)			Requerimiento normativo		
	7 d	28 d	90 d	7 d	28 d	90 d	7 d	28 d	90 d
R25^A	-	43,5	46,1	-	72,5	72,7			
B25^A	-	50,1	64,9	-	83,5	102,4	-	$\geq 75\%$	$\geq 85\%$
BR25^A	-	47,2	56,2	-	78,7	88,6			
R20^B	36,6	45,0	-	75,1	75,0	-			
B20^B	44,1	48,2	-	90,5	80,4	-	$>75\%$	$>75\%$	-
BR20^B	44,0	45,7	-	90,3	76,2	-			
OPC	48,7	60,0	63,4	-	-	-	-	-	-

Nota – **A**: morteros según requerimiento EN 450-1; **B**: morteros según requerimiento ASTM C618

De manera adicional, el índice resistente (SAI) de los morteros fabricados a partir de los eco-cementos ternarios con un 20% (BR20) y 25% (BR25) de incorporación de la mezcla de adiciones BBA-B+CDWm-R (1:1) se encuentra recogido en la Tabla 4.13. Igualmente, en ella se muestran los requisitos especificados en las normas EN 450-1 [13] para cenizas volantes y ASTM C618 [12] para cenizas volantes y puzolanas naturales. Como se puede observar, los eco-morteros fabricados con las nuevas mezclas ternarias BBA-B+CDWm-R (1:1) cumplen los requisitos establecidos por la norma EN 450-1 ($SAI_{28d} \geq 75\%$ and $SAI_{90d} \geq 85\%$) para cenizas volantes, y por la norma ASTM C618 ($SAI_{7d} > 75\%$ and $SAI_{28d} > 75\%$) para puzolanas naturales clase N, y para cenizas volantes clase F y clase C. Por tanto, la combinación de las adiciones para fabricar mezclas ternarias puede considerarse un material puzolánico.

4.2.2.3. *Demanda de agua, tiempo de inicio de fraguado y estabilidad de volumen*

La Tabla 4.14 muestra los resultados de demanda de agua, tiempo inicial de fraguado y estabilidad de volumen de los cementos que incorporan parcialmente las nuevas SCMs (BBA-B y CDWm-R).

Tabla 4.14. Propiedades físicas de los eco-cementos diseñados

Mezcla/propiedad	Demanda de agua (g)	Tiempo de inicio de fraguado (min)	Estabilidad de volumen, s (mm)	Escurrimiento (mm)
R20	153,5	160	0,5	176,3
B20	153,0	165	0,0	165,6
R15	151,0	160	1,0	176,8
B15	151,0	170	0,5	180,2
R10	149,0	165	0,0	179,6
B10	150,0	175	0,0	187,6
R5	147,0	175	0,0	186,6
B5	148,0	170	0,0	189,8
OPC	144,0	140	0,0	194,9

Respecto a la demanda de agua de los eco-cementos binarios se observa que, independientemente del tipo de residuo y el porcentaje de sustitución, la incorporación de las SCMs supone un incremento del contenido agua respecto al cemento OPC para alcanzar una consistencia normal (34 ± 2 mm) según la norma EN 196-3 [16]. Este incremento sigue una relación lineal con el porcentaje de sustitución, siendo las ecuaciones de correlación para las adiciones BBA-B y CDWm-R: i) $Y_D = 0,42 * X_{BBA-B} + 145$ [$R^2 = 0,94$]; y ii) $Y_D = 0,46 * X_{CDWm-R} + 144,3$ [$R^2 = 0,99$], donde Y_D es la demanda de agua y X es el porcentaje de incorporación de SCMs. Este comportamiento está estrechamente relacionado con la morfología y geometría de las partículas de BBA-B y CDWm-R que presentan una forma más angulosa (ver Figura 4.14) que las partículas de OPC debido al propio proceso de molienda al que se ven sometidas las nuevas SCMs. Asimismo, otros autores [17, 18] han asociado este incremento de la demanda de agua a la incorporación de SCMs de origen agroforestal debido al alto valor de pérdida al fuego (LoI), al igual que se observa en los residuos utilizados en este estudio. En cuanto a las

variaciones experimentadas, los incrementos se sitúan para los cementos con BBA-B y CDWm-R entre 2,8 – 6,3% y 2,1 – 6,6% respecto al OPC, respectivamente.

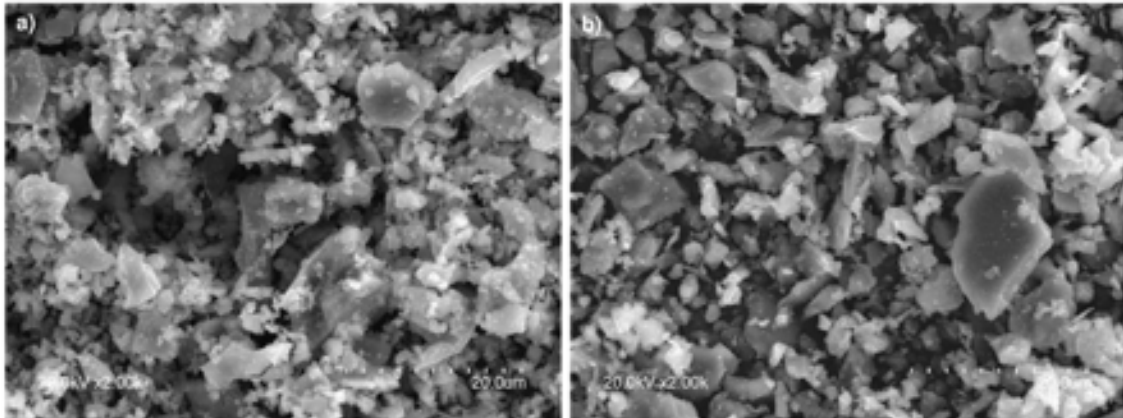


Figura 4.14. Morfología de las SCMs: a) BBA-B; y b) CDWm-R

En cuanto al tiempo de fraguado de los eco-cementos binarios (ver Tabla 4.14), se observa que los tiempos de inicio y fin de fraguado de los cementos con BBA-B o CDWm-R, independientemente del porcentaje de sustitución, fueron superiores a los valores obtenidos para el OPC. Asimismo, se pone de manifiesto el cumplimiento del tiempo inicial ≥ 60 min requerido por la norma EN 197-1 [19] para los cementos con clase resistente 42,5, independientemente de su velocidad de endurecimiento (N o R). Respecto a los valores obtenidos, se observa que el tipo de residuo (BBA-B o CDWm-R) no tiene un efecto significativo en dicha propiedad, registrándose aumentos similares respecto al OPC ($\Delta_{\text{BBA-B}} = 17,9 - 25,0\%$; $\Delta_{\text{CDWm-R}} = 14,3 - 25,0\%$).

Finalmente, la Tabla 4.14 recoge los resultados referentes a la estabilidad de volumen (s) de los eco-cementos binarios, observándose que, independientemente del tipo de adición y porcentaje de incorporación, los valores obtenidos se encuentran por debajo del valor máximo permitido ($s \leq 10$ mm) por la norma EN 197-1 [19] para cementos comunes.

4.2.2.4. Trabajabilidad

Otra propiedad analizada en estado fresco ha sido la consistencia (ver Tabla 4.14), observándose que se produce una reducción de su valor con la adición de las SCMs evaluadas, independientemente del tipo de residuo y porcentaje de sustitución. Estos descensos se sitúan, en el caso de los eco-morteros binarios, en un rango de $\Delta_{\text{OPC+BBA-B}} = -15,0$ a $-2,6\%$ y $\Delta_{\text{OPC+CDWm-R}} = -9,5$ a $-4,3\%$, respecto al mortero OPC. Esta tendencia observada se ajusta a una relación lineal, siendo la ecuación de correlación para los eco-

morteros binarios OPC+BBA-B y OPC+CDWm-R: i) $Y_C = -1,36 * X_{BBA-B} + 197,28$ [$R^2 = 0,90$]; y ii) $Y_C = -0,94 * X_{CDWm-R} + 192,24$ [$R^2 = 0,89$], donde Y_C es la consistencia y X es el porcentaje de incorporación de SCMs.

4.2.2.5. Resistencia a compresión de los eco-morteros binarios

La Figura 4.15 representa los valores de resistencia a compresión (f_c) de los morteros fabricados con los cementos binarios OPC+BBA-B y OPC+CDWm-R, así como del mortero patrón, OPC, en función del tiempo de curado y el porcentaje de sustitución. Los incrementos obtenidos con respecto a OPC se recogen en la Tabla 4.15. En primer lugar, se pone de manifiesto que todos los valores de resistencia a los 7 días y 28 días obtenidos cumplen las especificaciones establecidas ($f_{c\ 7d} \geq 20$ MPa y $42,5 \leq f_{c\ 28d} \leq 62,5$ MPa) por la norma EN 197-1 [19] para cementos comunes de clase resistente 42,5 N y 42,5 R. Asimismo, se observa, independientemente del tipo de SCMs (BBA-B o CDWm-R) y porcentaje de sustitución, un aumento de la resistencia a compresión con la edad de curado, fruto del proceso de hidratación del cemento, así como de la reacción puzolánica existente entre las SCMs y la portlandita en los morteros que incorporan las adiciones.

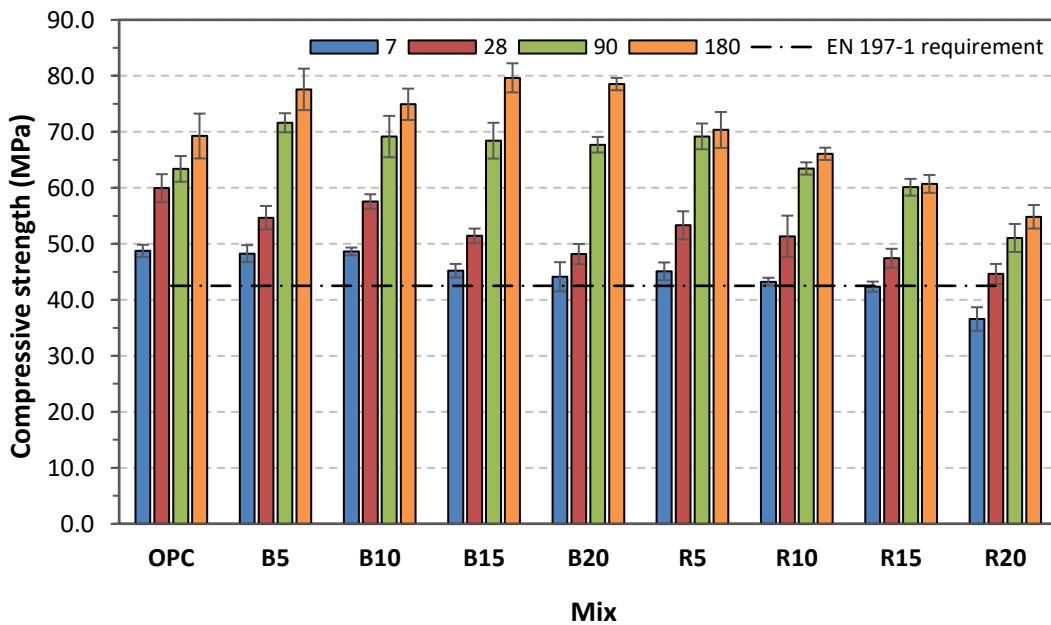


Figura 4.15. Resistencia a compresión de los eco-morteros binarios

A edades tempranas (≤ 28 d), los valores de resistencia a compresión de todas las mezclas binarias se encuentran por debajo del valor del mortero de referencia (7 días: $\Delta_{OPC+BBA-B} = -9,5$ a $-0,2\%$; $\Delta_{OPC+CDWm-R} = -25,0$ a $-7,5\%$; y 28 días: $\Delta_{OPC+BBA-B} = -19,6$ a $-4,0\%$; $\Delta_{OPC+CDWm-R} = -25,6$ a $-11,1\%$), debido al efecto dominante de la dilución (menor

contenido de cemento) frente a la actividad puzolánica de las SCMs, que se caracterizan por tratarse de dos adiciones de baja capacidad de fijar cal a cortas edades ($t < 28$ d). Asimismo, se observa que los morteros que incorporan BBA-B experimentan menores descensos (ver Tabla 4.15) respecto a OPC que los morteros con CDWm-R, debido a la mayor actividad puzolánica que tiene la BBA-B frente a la CDWm-R.

Tabla 4.15. Variación de la resistencia a compresión, expresada en porcentaje respecto a OPC

Mortero	Edad de curado			
	7 d	28 d	90 d	180 d
R20	-25,0	-25,6	-19,5	-20,8
B20	-9,5	-19,6	6,8	13,4
R15	-13,1	-20,9	-5,2	-12,4
B15	-7,2	-14,2	7,9	15,0
R10	-11,3	-14,4	0,1	-4,6
B10	-0,2	-4,0	9,1	8,2
R5	-7,5	-11,1	9,2	1,6
B5	-1,0	-8,8	13,0	12,0

En cambio, a edades prolongadas de curado, los morteros OPC+BBA-B (B5, B10, B15 y B20) y los morteros OPC+CDWm-R (R5 y R10) a partir de 90 días presentaron un comportamiento similar al OPC, asociado a que el efecto de dilución se ve compensado con la actividad puzolánica de la SCMs, especialmente en el caso de los morteros con BBA-B. Esta actividad da lugar a la formación de geles C-S-H que provocan un refinamiento de la microestructura de la matriz cementante y una disminución de la porosidad (ver apartado 4.2.2.8).

4.2.2.6. Efecto de la sustitución de OPC por BBA-B o CDWm-R en la resistencia a compresión (análisis estadístico)

Los resultados del ajuste del modelo estadístico con un factor (porcentaje de sustitución de cada residuo) y nueve niveles (OPC, B5, B10, B15, B20, R5, R10, R15, R20) se muestran en la Tabla 4.16. En primer lugar, se puede observar que los descensos que se producen en la variable respuesta (resistencia a compresión) para todas las mezclas con

OPC+BBA-B o bien OPC+CDWm-R a edades tempranas ($t \leq 28$ d) se consideran significativos; excepto en el caso de B10, donde no existe evidencia estadística para afirmar que incorporar un 10% BBA-B (B10) en lugar de 0% BBA-B (OPC) tiene un efecto nocivo en el comportamiento mecánico de los morteros. A larga edad (90 días y 180 días) se consiguen incrementos significativos para todas las mezclas adicionadas con el residuo BBA-B (B5, B10, B15 y B20) con respecto a OPC, independientemente del porcentaje estudiado. De esta forma, se confirma la posibilidad de su uso, al menos, hasta un 20% en peso alcanzando resistencias a compresión mayores a las del mortero de referencia. En cambio, utilizando CDWm-R a larga edad ($t \geq 90$ d) en los porcentajes estudiados se puede decir que las variaciones que se producen en la resistencia a compresión con respecto a OPC no son significativas para R5 y R10; mientras que los descensos son significativos para R15 y R20. Por tanto, las únicas mezclas entre las analizadas que producen una pérdida significativa de resistencia a compresión de los nuevos morteros binarios frente al mortero de referencia son las que utilizan 15% o bien 20% de sustitución de OPC por CDWm-R.

Tabla 4.16. Parámetros del modelo estadístico ANOVA con un factor

Parámetros / Edad	7 d	28 d	90 d	180 d
α_2 – B5	0	(-)	(+)	(+)
α_3 – B10	0	0	(+)	(+)
α_4 – B15	(-)	(-)	(+)	(+)
α_5 – B20	(-)	(-)	(+)	(+)
α_6 – R5	(-)	(-)	(+)	0
α_7 – R10	(-)	(-)	0	0
α_8 – R15	(-)	(-)	(-)	(-)
α_9 – R20	(-)	(-)	(-)	(-)
Contraste de hipótesis				
H.V. <i>p</i> -valor	0,1435	0,5267	0,2549	0,1768
N.T. <i>p</i> -valor	0,0301	0,8444	0,4704	0,0128
<p>Nota – 0: no significativo; (+): aumento significativo; (-): descenso significativo; H.V.: hipótesis de homocedasticidad; N.T.: hipótesis de normalidad</p>				

Por otra parte, las diferencias significativas (p -valor $<0,05$) y no significativas (p -valor $>0,05$) entre las medias de la variable respuesta para las distintas mezclas estudiadas a la edad de 180 días se pueden observar en la Tabla 4.17. En ella se confirma que no existe diferencia significativa a esta edad entre utilizar cualquiera de los porcentajes 5 – 20% en peso de BBA-B, así como también se podrían emplear indistintamente de acuerdo con el análisis estadístico R5 y B10, o bien, R5 y R10. Sin embargo, existe evidencia estadística suficiente para afirmar que son significativas las diferencias entre usar cualquiera de los porcentajes 5 – 20% en peso de BBA-B y 5 – 20% en peso de CDWm-R (excepto R5 y B10, como se indicaba anteriormente).

Tabla 4.17. Diferencias entre las medias de la variable respuesta para las mezclas binarias estudiadas a la edad de 180 d

Mezclas	<i>p</i>-valor	Mezclas	<i>p</i>-valor
B10 – B5	0,7950	R5 – B15	0,0001
B15 – B5	0,9508	R10 – B15	0,0000
B20 – B5	0,9998	R15 – B15	0,0000
R5 – B5	0,0034	R20 – B15	0,0000
R10 – B5	0,0000	R5 – B20	0,0007
R15 – B5	0,0000	R10 – B20	0,0000
R20 – B5	0,0000	R15 – B20	0,0000
B15 – B10	0,1480	R20 – B20	0,0000
B20 – B10	0,4700	R10 – R5	0,2342
R5 – B10	0,1790	R15 – R5	0,0001
R10 – B10	0,0002	R20 – R5	0,0000
R15 – B10	0,0000	R15 – R10	0,0644
R20 – B10	0,0000	R20 – R10	0,0000
B20 – B15	0,9988	R20 – R15	0,0314

4.2.2.7. Porosidad y distribución de tamaño de poro de los eco-morteros binarios

La Tabla 4.18 muestra los resultados de porosidad total, volumen de poros $>0,05$ mm y tamaño medio de poro de los morteros estudiados a la edad de 180 días. Los morteros

fabricados con 5 – 20% de BBA-B (B5, B10, B15 y B20) y con 5% de CDWm-R (R5) presentaron valores de porosidad por debajo de los del mortero de referencia (OPC), con descensos para 5 – 20% BBA-B: $\Delta_{\text{porosidad total}} = -25,6$ a $-3,1\%$; $\Delta_{\text{volumen de poros } >0,05 \text{ mm}} = -50,0$ a $-17,7\%$ y $\Delta_{\text{tamaño medio de poro}} = -35,3$ a $-10,5\%$; y para 5% de CDWm-R: $\Delta_{\text{porosidad total}} = -6,1\%$; $\Delta_{\text{volumen de poros } >0,05 \text{ mm}} = -29,2\%$ y $\Delta_{\text{tamaño medio de poro}} = -2,8\%$. Estos resultados se deben a la actividad puzolánica de las adiciones a larga edad, especialmente BBA-B, dando lugar a la formación de geles C-S-H secundarios que provocan un refinamiento del sistema poroso en la microestructura de la matriz cementante. En cambio, los valores de porosidad para los morteros fabricados con 10 – 20% de CDWm-R (R10, R15 y R20) son del mismo orden o se encuentran por encima de los registrados para el mortero de referencia (OPC): $\Delta_{\text{porosidad total}} = 1,5$ – $11,2\%$; $\Delta_{\text{volumen de poros } >0,05 \text{ mm}} = 18,1$ – $84,6\%$ y $\Delta_{\text{tamaño medio de poro}} = -1,9$ a $13,2\%$; comportamiento asociado a la menor capacidad de fijar cal de esta adición, como se indicaba con anterioridad (ver punto 4.2.1.3).

Tabla 4.18. Porosidad de los morteros binarios estudiados a la edad de 180 d

Mezcla	Porosidad total (vol.%)	Volumen poros >0,05 mm (mm ³)	Tamaño medio poro (µm)
OPC	11,77	2,60	0,0569
B5	10,10	1,89	0,0492
R5	11,05	1,84	0,0553
B10	11,41	2,14	0,0509
R10	11,95	3,07	0,0558
B15	8,88	1,30	0,0368
R15	12,05	3,65	0,0580
B20	9,37	1,39	0,0428
R20	13,09	4,80	0,0644

La Figura 4.16 muestra la representación de las curvas de distribución del tamaño de poro de los morteros a 180 días. En ella se puede ver un desplazamiento hacia la derecha con respecto a OPC de las curvas de tamaño de poro referentes a los morteros OPC+BBA-B (B5, B10, B15 y B20), en el orden B15-B20-B5-B10; mientras que en caso de los morteros OPC+CDWm-R se aprecia un desplazamiento a la izquierda, en el orden R15-R20-R10-R5. Asimismo, en esta figura se aprecia muy claramente cómo la incorporación de las nuevas SCMs provoca un incremento de los poros capilares medianos

($0,01 < \Phi < 0,05 \mu\text{m}$) y pequeños ($0,01 < \Phi < 0,006 \mu\text{m}$). Este incremento es mayor para los morteros con BBA-B frente a los morteros con CDWm-R. Nuevamente, este comportamiento observado se encuentra intrínsecamente relacionado con la actividad puzolánica de estos residuos (BBA-B \gg CDWm-R) que contribuye a la formación de gel C-S-H que rellena los poros a largas edades [20].

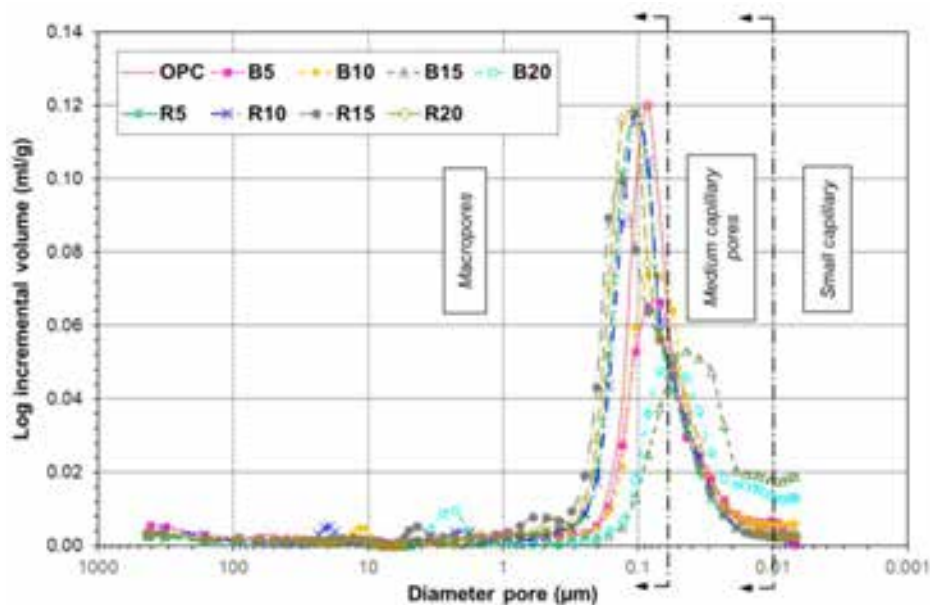


Figura 4.16. Distribución de tamaño de poro de los eco-morteros binarios a los 180 d

La Figura 4.17 muestra la distribución de los poros mayores de 0,05 mm (macroporos) en la matriz cementante de los morteros a 180 días, obtenida por tomografía computarizada de rayos X. En ella se observa que los morteros OPC (Figura 4.17 a), R15 (Figura 4.17 h) y R20 (Figura 4.17 i) presentan algún macroporo de diámetro entre 4,0 – 5,0 mm; mientras que en los morteros B5, B10, B15 y B20 (Figura 4.17 b, c, d y e) y morteros R5 (Figura 4.17 f) y R10 (Figura 4.17 g) se observan únicamente poros hasta $\sim 4,0$ mm, con un mayor número de poros inferiores a 1 mm y entre 1,5 – 4,0 mm en los morteros con BBA-B (B5, B10, B15 y B20) y CDWm-R (R5 y R10), respectivamente. Estos resultados están en consonancia con lo registrado previamente por la técnica de porosimetría por intrusión de mercurio (MIP).

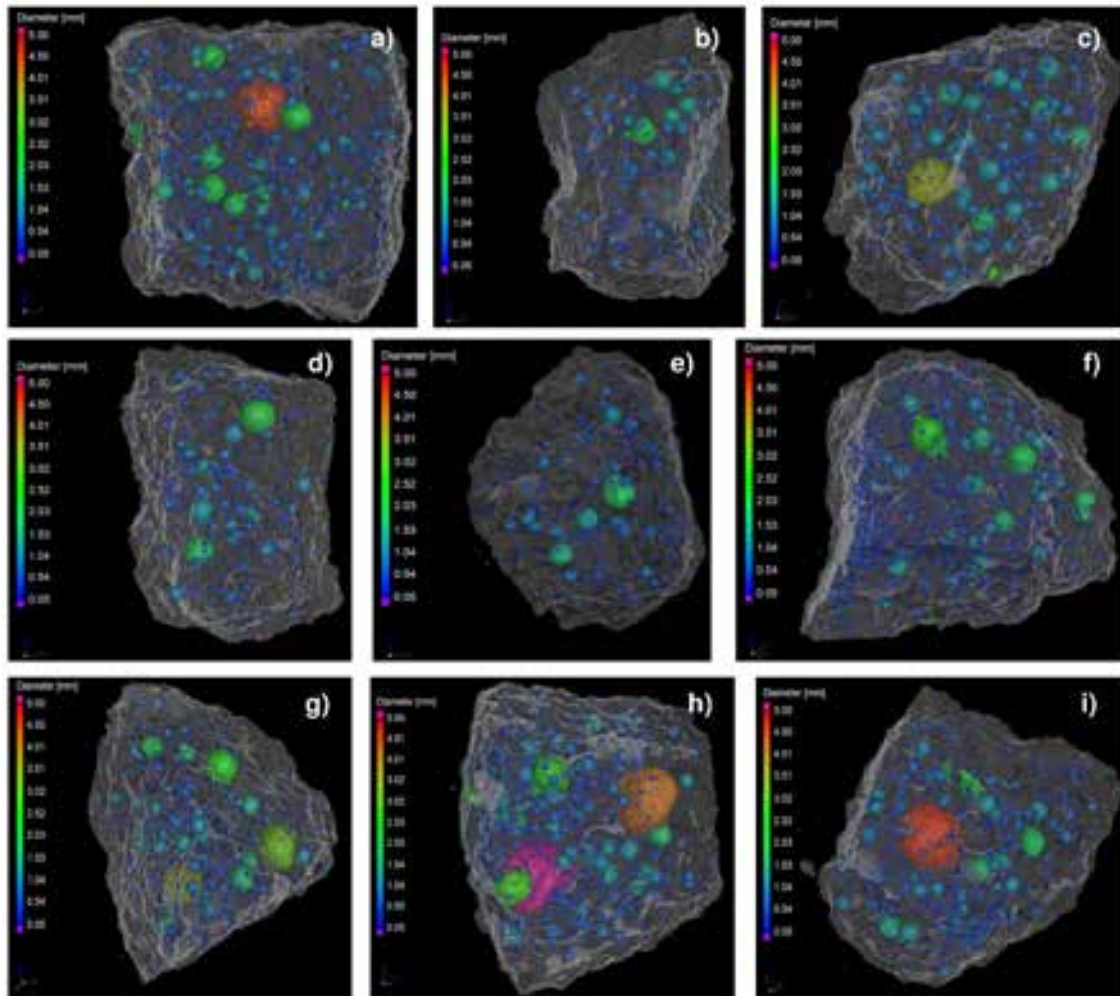


Figura 4.17. Distribución de los poros mayores de 0,05 mm en los morteros a 180 d: a) OPC; b) B5; c) B10; d) B15; e) B20; f) R5; g) R10; h) R15; y i) R20

La Figura 4.18 muestra las relaciones existentes entre la porosidad total y el volumen de poros $>0,05$ mm con la resistencia a compresión a 180 días de los morteros fabricados. En primer lugar, la tendencia encontrada indica que la porosidad total disminuye de forma lineal a medida que aumenta la resistencia a compresión, independientemente de la adición utilizada (BBA-B: $R^2=0,83$; CDWm-R: $R^2=0,85$), ocurriendo de manera similar con el volumen de poros $>0,05$ mm (BBA-B: $R^2=0,91$; CDWm-R: $R^2=0,95$). Esta relación se debe a que la formación de gel C-S-H como principal producto de hidratación contribuyente a la ganancia de resistencia proporciona a su vez una densificación de la microestructura y refinamiento del sistema poroso [21]. Además, se observa que, para las mezclas cuyos valores de resistencia a compresión a 180 días fueron superiores a los valores encontrados para OPC, los valores de porosidad total y el volumen de poros $>0,05$ mm fueron inferiores ($5 - 20\%$ BBA-B: $\Delta f_c = 8,2 - 15,0\%$; $\Delta_{\text{porosidad total}} = -25,6$ a $-3,1\%$;

$\Delta_{\text{volumen de poros } >0,05 \text{ mm}} = -50,0$ a $-17,7\%$; y 5% CDW-R: $\Delta_{f_c} = 1,6\%$; $\Delta_{\text{porosidad total}} = -6,1\%$; $\Delta_{\text{volumen de poros } >0,05 \text{ mm}} = -29,2\%$). Las reducciones en la porosidad total y el volumen de poros $>0,05 \text{ mm}$, en función de la adición y el porcentaje de sustitución, fueron $B15 > B20 > B5 > R5 > B10$, similar al incremento de resistencias a compresión a esta edad: $B15 > B20 > B5 > B10 > R5$. Por otra parte, los valores de resistencia mecánica de las mezclas fabricadas con $10 - 20\%$ CDWm-R fueron inferiores a los valores encontrados para OPC, y los de porosidad total y el volumen de poros $>0,05 \text{ mm}$ superiores a los de OPC ($\Delta_{f_c} = -4,6$ a $-20,8\%$; $\Delta_{\text{porosidad total}} = 1,5 - 11,2\%$; $\Delta_{\text{volumen de poros } >0,05 \text{ mm}} = 18,1 - 84,6\%$). Este hecho se corresponde con el efecto de dilución y la menor actividad puzolánica de CDWm-R señalados con anterioridad, que se acentúan para porcentajes superiores al 5% . Los aumentos en la porosidad y el volumen de poros $>0,05 \text{ mm}$, en función del porcentaje de sustitución, fueron $R10 < R15 < R20$, en el mismo orden que se encuentran los descensos de la resistencia a compresión de estas mezclas con respecto a OPC.

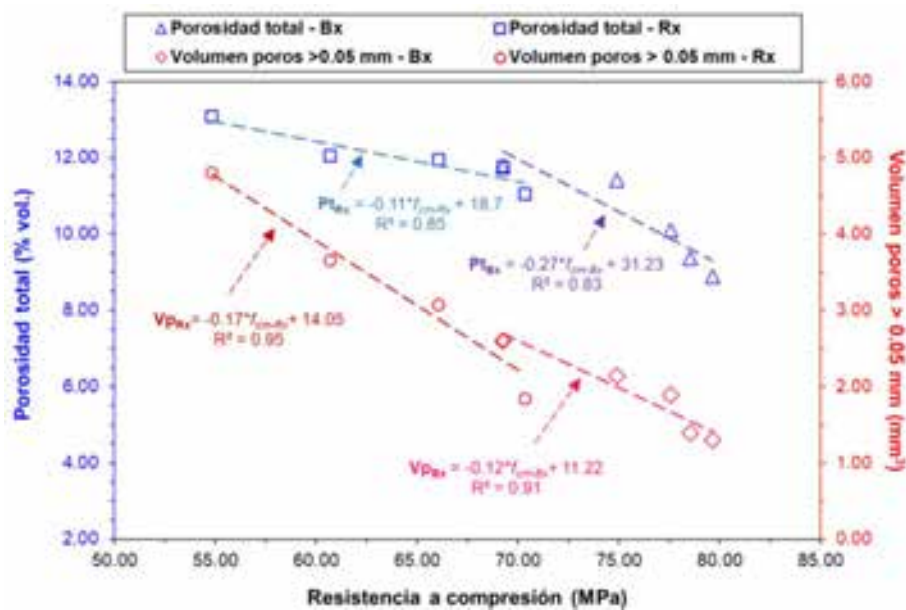


Figura 4.18. Relación entre la porosidad total y el volumen de poros con la resistencia a compresión a 180 d

De manera similar ocurre con la tendencia lineal que sigue la disminución del tamaño medio de poro con el aumento de la resistencia a compresión (Figura 4.19): BBA-B: $R^2=0,81$; CDWm-R: $R^2=0,82$. Las reducciones en el tamaño medio de poro para las mezclas con resistencia a compresión superior a la de OPC a 180 días, en función de la adición y el porcentaje de sustitución ($5 - 20\%$ de BBA-B: $\Delta_{f_c} = 8,2 - 15,0\%$; $\Delta_{\text{tamaño medio de poro}} = -35,3$ a $-10,5\%$; y 5% de CDWm-R: $\Delta_{f_c} = 1,6\%$; $\Delta_{\text{tamaño medio de poro}} = -2,8\%$)

siguieron el mismo orden que el aumento de la resistencia mecánica: B15>B20>B5>B10>R5. Paralelamente, los incrementos en el tamaño medio de poro para las mezclas con resistencia a compresión inferior a la de OPC a 180 días ($\Delta_{f_c} = -4,6$ a $-20,8\%$; $\Delta_{\text{tamaño medio de poro}} = -1,9$ a $13,2\%$) siguieron el mismo orden que la disminución de la resistencia mecánica: R10<R15<R20.

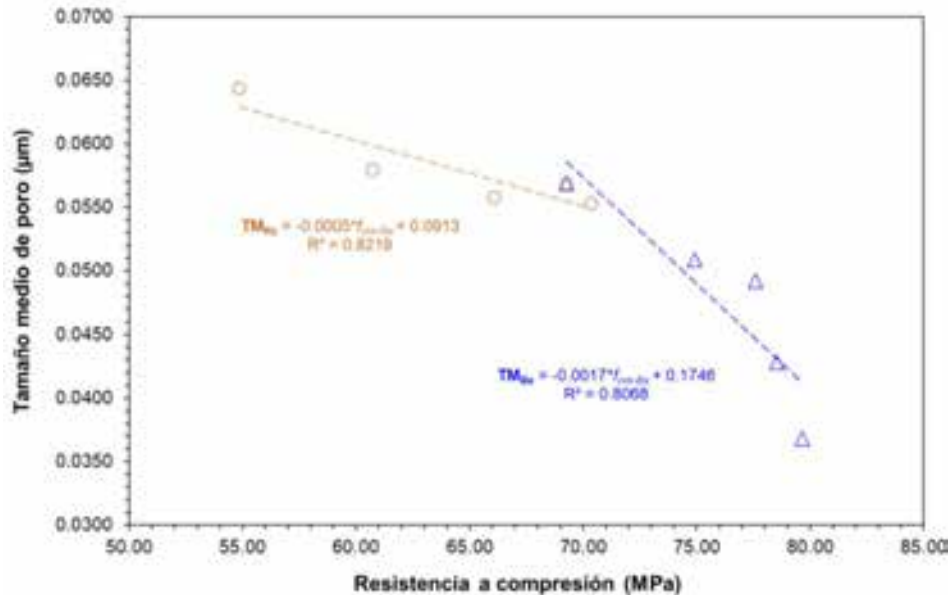


Figura 4.19. Relación entre el tamaño medio de poro y la resistencia a compresión a 180 d

4.2.2.8. Microestructura de los eco-morteros binarios

La Figura 4.20 muestra la microestructura de los eco-morteros binarios OPC, B20 y R20 a la edad de 90 días de curado, poniéndose de manifiesto que la incorporación parcial de las SCMs (BBA-B o CDWm-R) no tienen una influencia negativa en la homogeneidad de la matriz. En ella se puede observar, igualmente, la inclusión de la arena en la matriz cementante constituida por los productos de hidratación, así como los silicatos cálcicos anhidros, procedentes de las partículas de cemento no hidratadas. Las fases anhidro se caracterizan por presentar un color blanquecino (grano de cemento residual) y un halo de hidratación con tonos grisáceos. Asimismo, se puede ver que la interfase (ITZ) árido/matriz tiene una apariencia similar independientemente del tipo de eco-cemento empleado.

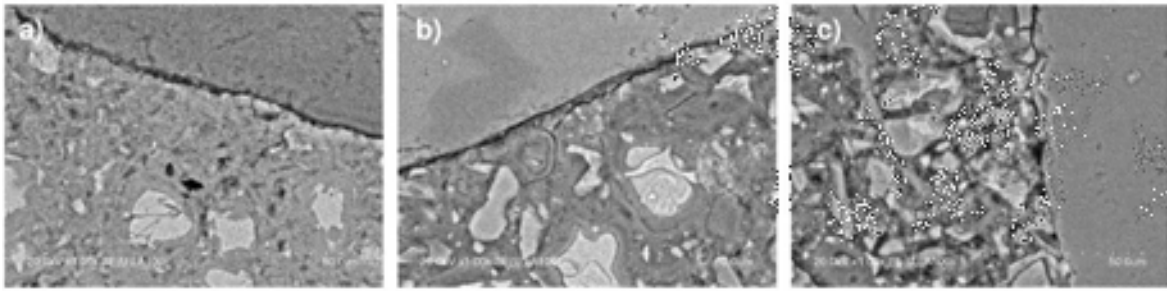


Figura 4.20. Microestructura de la matriz y la ITZ de los morteros a la edad de 90 d: a) OPC; b) B20; y c) R20

La Figura 4.21 muestra la morfología de los silicatos cálcicos hidratados (geles C-S-H) en los morteros curados durante 90 días, pudiéndose observar que los geles C-S-H presentan una estructura fibrosa, correspondiente a geles tipo I de acuerdo con la clasificación morfológica propuesta por Diamond [22]. La relación calcio/silicio (C/S) de los geles C-S-H fue $2,18 \pm 0,15$; $1,82 \pm 0,10$ y $1,95 \pm 0,13$ para los morteros OPC, B20 y R20, respectivamente. Esta menor relación C/S en los nuevos eco-morteros podría estar asociada con la actividad puzolánica de las SCMs, produciéndose un descenso a medida que la capacidad de fijar cal aumenta.

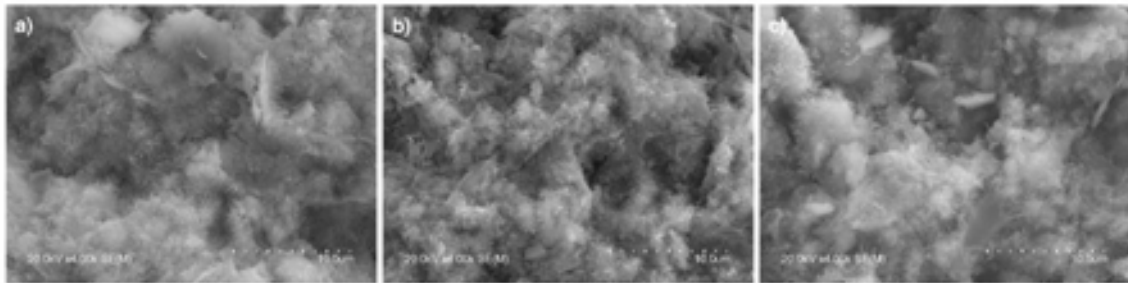


Figura 4.21. Geles C-S-H: a) OPC; b) B20; y c) R20

Por último, la Figura 4.22 revela la presencia de placas de portlandita en la matriz cementante de los morteros OPC, B20 y R20 a la edad de 90 días de curado, mostrando que el tamaño de estas placas ($CH_{OPC} \sim 16,7 \mu\text{m}$; $CH_{B20} \sim 8,4 \mu\text{m}$; y $CH_{R20} \sim 13,3 \mu\text{m}$) disminuye cuando se utilizan las SCMs, como resultado de la reacción puzolánica que tiene lugar entre las SCMs (BBA-B>CDWm-R) y la portlandita, como resultado de la hidratación del cemento. La disminución encontrada para B20 y R20 fue del 49,9% y el 20,5% con respecto a OPC, respectivamente.

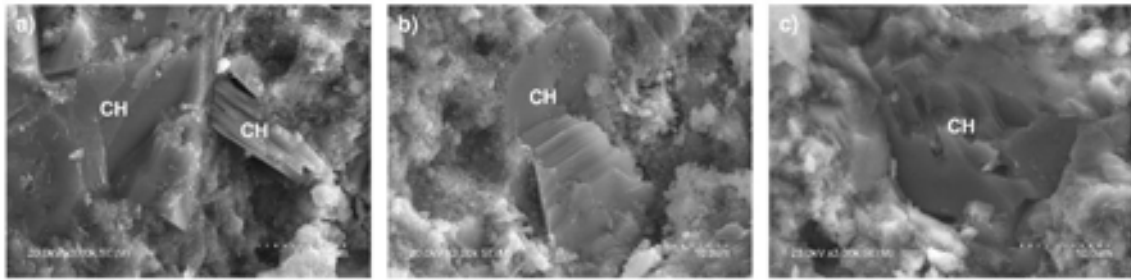


Figura 4.22. Placas de portlandita (CH): a) OPC; b) B20; y c) R20

4.3. Referencias bibliográficas

- [1] Comisión Permanente del Hormigón, Comisión Permanente de Estructuras de Acero, Código Estructural, in, 2021.
- [2] F. Agrela, M. Sánchez de Juan, J. Ayuso, V.L. Geraldes, J.R. Jiménez, Limiting properties in the characterisation of mixed recycled aggregates for use in the manufacture of concrete, *Construction and Building Materials*, **25** (2011) 3950-3955.
- [3] C. Medina, M. Frías, M.I. Sánchez de Rojas, C. Thomas, J.A. Polanco, Gas permeability in concrete containing recycled ceramic sanitary ware aggregate, *Construction and Building Materials*, **37** (2012) 597-605.
- [4] P.B. Cachim, Mechanical properties of brick aggregate concrete, *Construction and Building Materials*, **23** (2009) 1292-1297.
- [5] C. Medina, M.I. Sánchez de Rojas, C. Thomas, J.A. Polanco, M. Frías, Durability of recycled concrete made with recycled ceramic sanitary ware aggregate. Inter-indicator relationships, *Construction and Building Materials*, **105** (2016) 480-486.
- [6] T.-C. Hou, V.K. Nguyen, Y.-M. Su, Y.-R. Chen, P.-J. Chen, Effects of coarse aggregates on the electrical resistivity of Portland cement concrete, *Construction and Building Materials*, **133** (2017) 397-408.
- [7] F. Saint-Pierre, A. Philibert, B. Giroux, P. Rivard, Concrete Quality Designation based on Ultrasonic Pulse Velocity, *Construction and Building Materials*, **125** (2016) 1022-1027.
- [8] E.B. Bermejo, A. Moragues, J.C. Gálvez, M. Fernández Cánovas, Permeability and pore size distribution in medium strength self-compacting concrete, *Materiales de Construcción; Vol 60, No 299 (2010)*, (2010).

- [9] C. Comité Euro-International du Béton, *Strategies for Testing and Assessment of Concrete Structures affected by Reinforcement Corrosion*, Suiza, 1998.
- [10] P.D.P. Kumar Mehta, P.D.P.J.M. Monteiro, *Proportioning Concrete Mixtures*, in: M.-H. Education (Ed.) *Microstructure, Properties, and Materials*, 2014.
- [11] M. Bravo, J. de Brito, J. Pontes, L. Evangelista, Durability performance of concrete with recycled aggregates from construction and demolition waste plants, *Construction and Building Materials*, **77** (2015) 357-369.
- [12] ASTM International, *ASTM C618 Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete*, in, 2022.
- [13] European Committee for Standardization, European Standard. EN 450-1. Fly ash for concrete - Part 1: Definition, specifications and conformity criteria, in, 2013, pp. 32.
- [14] M.C.G. Juenger, R. Siddique, Recent advances in understanding the role of supplementary cementitious materials in concrete, *Cement and Concrete Research*, **78** (2015) 71-80.
- [15] European Committee for Standardization, European Standard. EN 197-1. Cement - Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements, in, 2011, pp. 38.
- [16] European Committee for Standardization, European Standard. EN 196-3. Methods of testing cement - Part 3: Determination of setting times and soundness, in, 2017, pp. 19.
- [17] R. Rajamma, R.J. Ball, L.A.C. Tarelho, G.C. Allen, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira, Characterisation and use of biomass fly ash in cement-based materials, *Journal of Hazardous Materials*, **172** (2009) 1049-1060.
- [18] A. Akkarapongtrakul, P. Julphunthong, T. Nochaiya, Setting time and microstructure of Portland cement-bottom ash-sugarcane bagasse ash pastes, *Monatshefte Fur Chemie*, **148** (2017) 1355-1362.
- [19] European Committee for Standardization, European Standard. EN 197-1. Cement - Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements, in, 2011.

[20] P.C. Hewlett, *Lea's Chemistry of Cement and Concrete, Fourth Edition ed.*, London, 1998.

[21] A.M. Neville, *Properties of Concrete*, Longman Scientific & Technical John Wiley & Sons., Harlow (New York), 2008.

[22] S. Diamond, *Cement paste microstructure: an overview at several levels*, in: 7th Congr. Hydraulic Cement pastes: Their structure and properties, Sleffiel, 1976, pp. 2-30.

Capítulo

5

Conclusiones

Capítulo 5. Conclusiones

En el quinto capítulo de la Tesis Doctoral «*Efectos de la biomasa y los residuos de construcción y demolición en las propiedades del cemento, el mortero y el hormigón*» se describen la conclusión general y las conclusiones específicas obtenidas mediante la realización de la presente investigación.

5.1. Conclusión general de la Tesis Doctoral

La investigación realizada en la presente Tesis Doctoral ha determinado que es viable la utilización de los residuos mixtos de construcción y demolición y/o las cenizas de biomasa de fondo en determinados escenarios como adición o esqueleto granular para la formulación de nuevos eco-cementos/eco-morteros y hormigones reciclados, con menor contenido en clínker y árido grueso natural, respectivamente.

5.2. Conclusiones específicas de la Tesis Doctoral

La conclusión general de esta Tesis Doctoral se desglosa en varias conclusiones específicas. Estas conclusiones específicas se han dividido en función de la aplicación final investigada: a) hormigones reciclados; y b) eco-cementos y eco-morteros.

A. Efecto de la optimización de los residuos de construcción y demolición mixtos en las propiedades de los nuevos hormigones reciclados

1. La aplicación del tratamiento superficial mediante inmersión en polímeros permitió mejorar las propiedades físicas de los ARM, con la reducción del coeficiente de absorción de agua y del coeficiente de Los Ángeles; a través de la

- creación de una capa impermeable alrededor del árido, capaz de rellenar el poro evitando la entrada de agua a la red capilar y densificando su microestructura.
2. El tratamiento óptimo para la mejora de las propiedades del árido reciclado estudiado consistió en la inmersión del ARM en una disolución del polímero al 20% de concentración (en volumen) durante 60 minutos y método de secado en estufa (20%-60'-O), con una disminución del 25% y del 31% del coeficiente de absorción de agua y el coeficiente de Los Ángeles, respectivamente.
 3. El análisis estadístico con dos factores e interacción realizado para las dos propiedades de los ARM estudiadas determinaron que los efectos del tratamiento sobre las variables respuesta son significativos, y mayormente cuando se trata de la inmersión 20%-60' para cualquiera de los dos métodos de secado evaluados: en estufa (O) o al aire (A).
 4. El uso de ARM tratado en los hormigones reciclados (RC-100_O y RC-100_A) no dio lugar a efectos sobre la trabajabilidad, la densidad en estado fresco y el porcentaje de aire ocluido, respecto al hormigón reciclado fabricado con ARM sin tratar (RC-100).
 5. La sustitución total de la fracción de grava natural (GN: 12/22 mm) por ARM, independientemente de la aplicación o no del tratamiento, provocó un descenso (estadísticamente no significativo) máximo en la resistencia mecánica del 1,2% respecto al hormigón convencional (CC).
 6. La resistencia a tracción registró incrementos entre el 5,2% y el 11,5% con la incorporación del ARM tratados y sin tratar respecto al CC.
 7. Los hormigones reciclados fabricados presentaron una estructura porosa impermeable, cumpliendo con los requisitos establecidos por el CodE para las clases de exposición ambiental más agresivas (penetración máxima de agua bajo presión, $P_{\text{máx}} \leq 30$ mm; y penetración media de agua bajo presión, $P_{\text{media}} \leq 20$ mm). Además, la aplicación del tratamiento permitió reducir los valores de penetración de agua bajo presión de estos hormigones por debajo de los de CC. La utilización de ARM tratados mediante la aplicación de la técnica de inmersión en polímeros en una disolución al 20% de concentración durante 60 minutos y con secado en estufa (O) permitió la reducción de la penetración de agua bajo presión máxima y

media de los hormigones, siendo $P_{\text{máx}}$ 0,69 veces respecto al RC-100, y P_{media} 0,71 veces respecto al RC-100. La utilización de ARM tratados mediante la aplicación de la técnica de inmersión en polímeros en una disolución al 20% de concentración durante 60 minutos y con secado al aire (A) permitió la reducción de la penetración de agua bajo presión máxima y media de los hormigones, siendo $P_{\text{máx}}$ 0,60 veces respecto al RC-100, y P_{media} 0,42 veces respecto al RC-100.

8. En el estudio de las propiedades de los hormigones reciclados fabricados con ARM sin tratar (RC-100) y tratados (RC-100_60O y RC-100_60A) mediante la técnica estadística ANOVA con un factor, se determinó que el tratamiento mediante polímeros no tuvo efecto significativo en las propiedades mecánicas de los mismos. En cambio, las propiedades durables se vieron afectadas por una mejora prestacional, la cual resultó mayor en caso de utilizar el tratamiento 20%-60'-A.
9. Los resultados obtenidos para los parámetros de control de la calidad del hormigón: velocidad de los pulsos ultrasónicos (UPV) y resistividad; se encuentran en consonancia con los resultados de resistencia a compresión y la evolución de esta propiedad en el tiempo. Los valores de UPV determinaron que los hormigones son de excelente calidad (>4500 m/s). Asimismo, se denotó un mejor comportamiento en los hormigones con ARM modificados, especialmente para el tratamiento 20%-60'-A.
10. La utilización de ARM tratados mediante la aplicación de la técnica de inmersión en polímeros en una disolución al 20% de concentración durante 60 minutos y con secado en estufa (O) permitió la reducción de la permeabilidad al agua, K_w , la absorción total de agua, W_t , y la permeabilidad al oxígeno, K_a , con descensos del 54%, el 23% y el 4%, respectivamente, con respecto a RC-100. La utilización de ARM tratados mediante la aplicación de la técnica de inmersión en polímeros en una disolución al 20% de concentración durante 60 minutos y con secado al aire (A) permitió la reducción de la permeabilidad al agua, K_w , la absorción total de agua, W_t , la sorptividad (S), la permeabilidad al oxígeno, K_a , y la penetración de cloruros (RCP), con descensos del 64%, el 4%, el 17%, el 58%, y el 28%, respectivamente, con respecto a RC-100.

11. La absorción capilar de cada una de las mezclas analizadas, medida como la ganancia de masa por unidad de superficie en función de la raíz cuadrada del tiempo o la raíz cuarta del tiempo, dio lugar a un ajuste excelente en el caso de utilizar la raíz cuarta del tiempo ($t^{0,25}$): $R^2(S^{0,25}) > R^2(S^{0,5})$.
 12. Los hormigones RC-100_O y RC-100_A tuvieron una menor porosidad total (vol. macroporos + vol. capilares) que el RC-100, con descensos del 3% y el 11%, respectivamente, por lo que la aplicación del tratamiento en base al polímero de los ARM provocó un refinamiento del sistema poroso y una disminución de los poros capilares y macroporos de los hormigones reciclados.
 13. La aplicación del tratamiento sobre los ARM permitió mejorar las propiedades durables de los hormigones reciclados fabricados con ellos, y alcanzar valores que se encuentran dentro de los parámetros determinados para el hormigón durable.
- B. Efecto de los residuos de construcción y demolición mixtos y las cenizas de biomasa de fondo en las propiedades de los nuevos eco-cementos y eco-morteros con un menor contenido en clínker**
1. La composición química de la adición de ceniza de biomasa de fondo (BBA-B) estudiada cumple el requisito de SiO_2 reactivo $>25\%$ establecido por la norma EN 197-1 para materiales puzolánicos; los requisitos $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 >50\%$; $\text{SO}_3 <4\%$ y 5% ; y $\text{LoI} <6\%$ y 10% establecidos en la norma ASTM C618 para cenizas volantes clase C y puzolanas clase N; y los requisitos $\text{CaO}_{\text{libre}} <1,5\%$; $\text{CaO}_{\text{reactivo}} <10\%$; $\text{MgO} <4,0\%$ y $\text{P}_2\text{O}_5 <5\%$ indicados en la norma EN 450-1 para cenizas volantes. Asimismo, la composición química de la adición de polvo mixto de residuos de construcción y demolición (CDWm-R) estudiada cumple los requisitos $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 >70\%$; $\text{SO}_3 <5\%$; y $\text{LoI} <10\%$ establecidos por la norma ASTM C618 para puzolanas clase N.
 2. La adición BBA-B tiene una estructura mineralógica menos cristalina que CDWm-R; así como presenta una superior evolución de la actividad puzolánica con el tiempo, mayor capacidad de fijar cal y mayor índice resistente, cumpliendo los requisitos establecidos por la norma EN 450-1 para cenizas volantes y la norma ASTM C618 para ceniza de combustión clase C.
 3. La adición BBA-B presentó mayor capacidad para fijar cal y mayor índice resistente que la adición CDWm-R, cumpliendo los requisitos establecidos por la

norma EN 450-1 para cenizas volantes, así como los requisitos establecidos por la norma ASTM C618 para puzolanas naturales tipo N, y cenizas volantes clase F y C.

4. De acuerdo con los resultados obtenidos en el test de Frattini, los nuevos eco-cementos binarios con un 15% y 20% de BBA-B (B15 y B20) cumplen los requisitos establecidos en la norma EN 197-1 para ser clasificados como cementos puzolánicos CEM IV/A (11 – 35% de sustitución).
5. Los nuevos eco-cementos/eco-morteros binarios fabricados con BBA-B o CDWm-R presentaron mayor demanda de agua, tiempo de inicio de fraguado y consistencia que el cemento/mortero de referencia, OPC. Sin embargo, estos eco-cementos/eco-morteros cumplen las especificaciones recogidas en la norma EN 197-1 sobre tiempo mínimo de inicio de fraguado (≥ 60 min), estabilidad de volumen (≤ 10 mm); y no tuvieron un efecto adverso en la trabajabilidad.
6. Los valores de resistencia a compresión de los eco-morteros binarios a los 7 días y 28 días obtenidos, independientemente del tipo de adición (BBA-B o CDWm-R) y el porcentaje de sustitución hasta un 20%, cumplieron las especificaciones establecidas por la norma EN 197-1 para cementos comunes de clase resistente 42,5 N y 42,5 R.
7. A las edades de 90 días y 180 días, los eco-morteros binarios fabricados con los nuevos eco-cementos binarios con un 5 – 20% de BBA-B, un 5% y un 10% de CDWm-R presentaron un comportamiento similar (aumentos estadísticamente no significativos) o superior (aumentos estadísticamente significativos, hasta un 15,0%) al del mortero de referencia; mientras que los morteros fabricados con un 15% y un 20% de CDWm-R experimentaron pérdidas significativas de hasta un 20,8%.
8. Los eco-morteros binarios fabricados con los nuevos eco-cementos binarios incluyendo un 5 – 20% de BBA-B y un 5% de CDWm-R experimentaron disminuciones en la porosidad total, el volumen de poros $>0,05$ mm y el tamaño medio de poro de hasta -25,6%, -50,0% y -35,3%, respectivamente, con respecto al mortero de referencia, OPC; mientras que los eco-morteros binarios fabricados con un 10 – 20% de CDWm-R presentaron aumentos de hasta 11,2%, 84,6% y 13,2%, respectivamente.

9. Las relaciones existentes entre la porosidad total, el volumen de poros $>0,05$ mm y el tamaño medio de poro con la resistencia a compresión a 180 días de los morteros binarios fueron lineales, independientemente de la adición utilizada.
10. La incorporación de las adiciones BBA-B y CDWm-R en los morteros binarios no provoca cambios significativos en la morfología de la ITZ árido/matriz cementante, ni en la morfología de los productos de hidratación (gel C-S-H, portlandita, principalmente). La inclusión de las nuevas SCMs provoca una reducción de la relación C/S de los geles C-S-H con respecto a OPC, hasta $1,82\pm 0,10$ y $1,95\pm 0,13$ para los morteros binarios con el 20% de BBA-B y el 20% de CDWm-R, respectivamente; y una reducción en el tamaño de las placas CH.

5.3. General conclusion

The research carried out in the study showed that the use of the optimised mixed recycled aggregate (MRA), and the supplementary cementitious materials (CDWm and BBA), in particular scenarios of recycled concretes and binary eco-cements/eco-mortars formulation, with reduced clinker or recycled aggregate content, is feasible.

5.4. Specific conclusions

The main conclusion drawn from the study may be divided into several specific conclusions. These specific conclusions have been classified according to the researched application: a) recycled concretes; and b) eco-cements and eco-mortars.

A. Effect of incorporating optimized mixed recycled aggregate from construction and demolition waste on new recycled concrete properties

1. The surface polymer treatment studied improved MRA physical properties, lowering the water absorption and Los Angeles coefficients by surrounding the aggregate with an impermeable layer able to fill pores, prevent water ingress in the capillary network and densify aggregate microstructure.
2. The conditions that optimised improvements in MRA properties were soaking in a 20% (by volume) polymer solution for 60 minutes and oven drying (20%-60'-O), which resulted in a 25% decline in the water absorption and a 31% decline in the Los Angeles coefficient.

3. The two-way statistical analysis conducted for the two MRA properties studied showed that the treatment, particularly when consisting in soaking in 20%-60°, had significant effects on the response variables under both drying methods assessed: oven (O) or air (A) drying.
4. The use of treated MRA in recycled concrete (RC-100_O and RC-100_A) had no effect on concrete workability, fresh state density, nor the percentage of entrained air, relative to RC-100.
5. Total replacement of the natural gravel fraction (NG: 12 mm to 22 mm) with either treated or untreated MRA induced a not significantly different decline in maximum compressive strength of no more than 1.2 % relative to the conventional concrete (CC).
6. The use of treated or untreated MRA raised splitting tensile strength between 5.2 % and 11.5 % relative to CC.
7. The recycled concretes studied had an impermeable pore structure and were CodE-compliant for the most aggressive environmental exposure classes (maximum water penetration under pressure, $P_{\max} \leq 30$ mm; and mean water penetration under pressure, $P_{\text{mean}} \leq 20$ mm). Application of the treatment also lowered pressurised water penetration to below the CC value. Replacing untreated MRA with MRA soaked in a 20% polymer solution for 60 min and oven-dried (O) lowered maximum pressurised water penetration, $D_{p,\max}$, 0.69-fold and mean penetration, $D_{p,\text{mean}}$, 0.71-fold, both relative to RC-100. Replacing untreated MRA with MRA soaked in a 20% polymer solution for 60 min and air dried (A) lowered maximum pressurised water penetration, $D_{p,\max}$, 0.60-fold and mean penetration, $D_{p,\text{mean}}$, 0.42-fold, both relative to RC-100.
8. The one-way ANOVA conducted for the properties of recycled concretes with untreated (RC-100) and treated (RC-100_O and RC-100_A) MRA showed that polymer treatment had no significant effect on concrete mechanical strength. In contrast, pressurised water penetration was improved, in particular with treatment 20%-60°-A.
9. Concrete quality control parameters UPV and electrical resistivity exhibited values consistent with the findings for compressive strength and its variation over

time. All the concretes met the $UPV > 4500$ m/s excellent quality criterion. Best performance was observed in the materials bearing modified MRA, and specifically those with 20%-60'-A-treated aggregate.

10. Replacing untreated MRA with MRA soaked in a 20% polymer solution for 60 min and oven-dried (O) reduced the water permeability coefficient, K_w , by 54%, total water absorption, W_t , by 23% and oxygen permeability by 4%, relative to RC-100. Replacing untreated MRA with MRA soaked in a 20% polymer solution for 60 min and air dried (A) reduced the water permeability coefficient, K_w , by 64%, total water absorption, W_t , by 4%, sorptivity (S) by 17%, oxygen permeability by 58% and chloride penetration (RCP) by 28%, relative to RC-100.
11. Capillary absorption for each mix analysed, expressed as the mass gain per unit area, proved to be more closely and linearly related to the fourth than to the square root of time: $R^2 (S^{0.25}) > R^2 (S^{0.5})$.
12. Concretes RC-100_O exhibited 3% and RC-100_A 11% lower total porosity (macro- plus capillary pore volume) than RC-100, attesting to pore system refinement in the recycled concretes.
13. Treating the MRAs improved durability in the recycled concretes analysed, raising the values of the respective parameters to levels compliant with the criteria defining durable concretes.

B. Effect of incorporating construction and demolition mixed waste powder and biomass bottom ash on the properties of new eco-cements and eco-mortars with lower clinker content

1. The chemical composition of the biomass bottom ash (BBA-B) studied as addition meets the reactive $SiO_2 > 25\%$ requirement established by the EN 197-1 standard for pozzolanic materials; the requirements $SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3 > 50\%$; $SO_3 < 4\%$ and 5% ; and $LoI < 6\%$ and 10% established in the ASTM C618 standard for class C fly ash and class N pozzolans; and the requirements $CaO_{free} < 1.5\%$; $CaO_{reactive} < 10\%$; $MgO < 4.0\%$ and $P_2O_5 < 5\%$ indicated in the EN 450-1 standard for fly ash. The chemical composition of the construction and demolition waste mixed powder (CDWm-R) studied as addition also meets the requirements SiO_2

- + Al₂O₃ + Fe₂O₃ >70%; SO₃<5%; and LoI<10% established by the ASTM C618 standard for class N pozzolans.
2. The BBA-B addition has a less crystalline mineralogical structure than CDWm-R; greater capacity to fix lime and higher strength activity index, meeting the requirements established by the EN 450-1 standard for fly ash and the ASTM C618 standard for class C combustion ash.
 3. The BBA-B addition presented a higher capacity to fix lime and higher strength activity index than the CDWm-R addition, meeting the requirements established by the EN 450-1 standard for fly ash and the ASTM C618 standard for type N natural pozzolans and class F and C fly ash.
 4. According to the results obtained in the Frattini test, the new binary-blended eco-cements with 15% and 20% BBA-B (B15 and B20) met the requirements set forth in EN 197-1 standard and can be classified as CEM IV/A (11 – 35% substitution) pozzolanic cements.
 5. The new eco-cements/eco-mortars bearing BBA-B or CDWm-R presented higher water demand, initial setting time and consistency than the reference cement, OPC. However, these eco-efficient cements met EN 197-1 minimum initial setting time requirement (≥ 60 min) and soundness specifications (≤ 10 mm); and had no adverse effect on workability.
 6. The compressive strength values obtained for binary-blended eco-mortars after 7 days and 28 days, regardless of the type of SCM (BBA-B or CDWm-R) and the substitution percentage up to 20%, met the specifications established by the EN 197-1 standard for common resistant-class cements 42.5 N and 42.5 R.
 7. At the ages of 90 days and 180 days, the binary mortars manufactured with the new binary-blended eco-cements 5 – 20% BBA-B, 5% and 10% CDWm-R presented a similar behaviour (increases not statistically significant) or superior (increases statistically significant, up to 15.0%) to that of the reference mortar; while the binary mortars made with 15% and 20% CDWm-R experienced significant losses of up to 20.8%.
 8. Binary mortars manufactured with the new 5 – 20% BBA-B and 5% CDWm-R binary cements experienced decreases in total porosity, pore volume >0.05 mm and mean pore diameter of up to -25.6%, -50.0% and -35.3%, respectively, with

respect to the reference mortar, OPC; while the binary mortars made with 10 – 20% CDWm-R presented increases of up to 11.2%, 84.6% and 13.2%, respectively.

9. The relationships between the total porosity, the pore volume >0.05 mm and the mean pore diameter with the compressive strength at 180 days of the binary (BBA-B or CDWm-R) mortars were linear, regardless of the addition used.
10. The addition of BBA-B and CDWm-R in binary mortars does not cause significant changes in the morphology of the ITZ aggregate/cementing matrix or in the morphology of the hydration products (C-S-H gel, Portlandite, mainly). The inclusion of the new SCMs causes a reduction in the C/S ratio of the C-S-H gels relative to OPC, down to 1.82 ± 0.10 and 1.95 ± 0.13 for the 20% BBA-B and the 20% CDWm-R binary mortars, respectively; and a reduction in the size of the CH plates.

Capítulo

6

Publicaciones en revistas científicas



Properties of concretes bearing mixed recycled aggregate with polymer-modified surfaces

P. Velardo^{a,*}, I.F. Sáez del Bosque^a, A. Matías^{a,c}, M.I. Sánchez de Rojas^{b,c}, C. Medina^{a,c,**}

^a Department of Construction, School of Engineering, University of Extremadura, Institute for Sustainable Regional Development (INTERRA), 10003, Cáceres, Spain

^b Materials Recycling Department, Eduardo Torroja Institute for Construction Science, Spanish National Research Council (CSIC), 28033, Madrid, Spain

^c SOSMAT, University of Extremadura, UEx-CSIC Partnering Unit, Spain

ARTICLE INFO

Keywords:

Mixed recycled aggregates
Recycled concretes
Polymer
Treatment
Properties

ABSTRACT

The growing socio-economic interest in conserving the environment constitutes a challenge for businesses with a heavy environmental impact. In the construction industry, the efficient use of recycled construction and demolition waste (CDW) as aggregates in structural concrete and the implications of that practice for a sustainable flow of materials are contributing to the establishment of a circular economy. Mixed recycled aggregates (MRA) account for a substantial fraction of the total. The main hurdle to MRA valorisation is its non-uniformity and certain intrinsic properties that have a direct effect on the performance of recycled concretes. In light of those drawbacks, this study assessed a surface treatment consisting in soaking these mixed materials in polymers to improve their physical and mechanical properties with a view to their use, determining the optimal treatment conditions (concentration, soaking time and drying method). The study also addressed the effect of using the treated MRA to replace 100% of the natural gravel (~40% of the total aggregate) on the fresh state consistency and hardened state compressive and tensile strength and water permeability of the new material. The findings showed that the treatment induced a reduction in mixed recycled aggregate water absorption and a rise in its abrasion resistance. Although treating the MRA as described had no significant effect on concrete mechanical properties, it improved durability significantly.

1. Introduction

The high pace of construction industry growth in recent decades poses particularly acute environmental problems. Building material manufacture entails the use of non-renewable resources, substantial energy consumption and the emission of greenhouse gases. A related problem is the paucity of areas apt for use as landfills for the waste generated when structures are built, maintained or demolished (construction and demolition waste - CDW). At this time, China for instance has a cumulative stock of solid waste of 60–70·10⁹ t, with an annual output of around 10·10⁹ t and rising [1]. India, the second-largest producer of construction and demolition waste, generates 530 Mt/year and the United States, the third, 519 Mt/year. In the European Union, the fourth heaviest producer, France leads with 247 Mt/year followed by Germany with 201 Mt/year and the United Kingdom with 100 Mt/year [2]. In 2016 construction accounted for 36.4% of the total waste generated in the EU-28 [3].

One of the European Commission's primary environmental objectives is to raise the percentage of waste converted to 'valuable materials' in keeping with circular economy premises [4]. According to European Directive 2008/98 on waste [5], the European Union seeks to raise waste valorisation to at least 70% of production by 2020. Theoretically, 80% of CDW could be processed into recycled materials and used in new production cycles [6]. The research community has recently shown considerable interest in the study of recycled CDW aggregates in new concrete design. To date, such aggregate has generally been used as landfill or road bases or sub-bases [7–10].

Agrela et al. [11] established three groups of CDW based on composition: recycled concrete aggregate (RCA), with ≥90% concrete and ≤10% masonry materials; mixed recycled aggregate (MRA), with ≥70% and <90% concrete and >30% masonry content; and recycled masonry aggregate (RMA) with <70% concrete and >30% masonry.

RCA was first studied in the nineteen seventies but not used in structural concrete to any significant extent until the early twenty-first cen-

* Corresponding author.

** Corresponding author. Department of Construction, School of Engineering, University of Extremadura, Institute for Sustainable Regional Development (INTERRA), 10003, Cáceres, Spain.

E-mail addresses: paulavd@unex.es (P. Velardo), cmedinam@unex.es (C. Medina).

<https://doi.org/10.1016/j.job.2021.102211>

Received 5 September 2020; Received in revised form 23 December 2020; Accepted 21 January 2021

Available online 29 January 2021

2352-7102/© 2021 Elsevier Ltd. All rights reserved.

tury [12]. Although research on MRA and RMA began later, in the nineteen nineties [8], they account for a considerable proportion of the recycled aggregate manufactured, approximately 67% of the total in Spain, for instance Refs. [13,14]. Scant research has been conducted on MRA and RMA due to the difficulty of working with materials that are much less uniform than RCA [8,14,15]. In addition to crushed concrete, unbound aggregate and masonry or ceramic materials (brick, roof tile, sanitary ware), this type of aggregate may contain a minor percentage of impurities such as asphalt, glass, plastic or timber [16].

The physical-chemical properties of CDW aggregate depend essentially on its composition and origin. As a rule, recycled aggregates are less dense and less abrasion resistant and exhibit a higher water absorption coefficient than natural aggregate (NA) [17,18]. In crushed concrete aggregate that is due to the presence of bound surface cement and hence of an interfacial transition zone (ITZ) between the NA and old mortar [19]. The higher porosity in RCA than NA is related to the quality and quantity of the mortar and the appearance of micro-cracks due to recycle processing [20,21]. The less favourable conditions observed in MRA are associated with both those factors and the presence of masonry materials [22–24], impurities such as plaster [10,25] and floating particles [26].

The resulting recycled aggregate concrete (RAC) exhibits lower fresh and hardened state performance than concrete bearing natural aggregate (NAC). Many studies have been published on the lower performance of RAC relative to NAC. Fewer papers can be found on concrete manufactured with MRA and no consensus has yet been reached on its effect on recycled concrete performance. Most authors report a 20%–40% decline in compressive strength when NA is 100% replaced by MRA [13,14,27]. The decline in tensile and flexural strength observed at the same replacement ratio ranges from 4% to 19% [6], although Mas et al. [25] found declines on the order of 30%–34% at < 40% replacement.

MRA-bearing concrete durability also declines with rising replacement ratio, due primarily to the greater porosity, fragility and jaggedness of masonry material than NA [15,16,28]. Mas et al. [25] recorded greater mean pressurised water penetration depth in MRA than in NA concretes. Gonzalez-Corominas and Etxeberria [23], in turn, reported a 20% decline in ultrasonic pulse velocity (UPV) in concretes bearing 100% MRA in place of NA and lower chloride penetration resistance with rising replacement ratios.

In light of the need to mitigate the adverse effects of RA on concrete performance and accommodate higher NA replacement ratios, procedures have been developed to either improve recycled aggregate properties (Table 1) or optimise new concrete design, mixing and casting to minimise the lower performance of RA than NA concretes.

The latter strategy includes the equivalent mortar volume (EMV) method, which seeks to exclude the amount of bound mortar in RA

when calculating the quantity of coarse aggregate required in concrete manufacture [58]. In that vein, Bui et al. [59] designed a new procedure for combining aggregates, proposing a coarse aggregate particle size curve in which RCA would constitute the 5 mm–8 mm fraction and NA the larger fractions. Double mixing (DM) [60] and triple mixing (TM) [61] methods, likewise proposed, consist in dividing the mixing water into two or three portions for mixing with the other materials to enhance concrete properties and improve the ITZ between the ‘new mortar’ cement paste and the RA. One study on adapted manufacturing [62] analysed scattering-filling coarse aggregate (SFCA), a process in which 10%–30% of the coarse aggregate is added during concrete casting, after which the mix is vibrated to produce a robust material.

Table 1 lists the main techniques for improving recycled aggregate properties found in the literature by type of aggregate and author [17,19,39,40]. The table shows that most treatments have been used with RCA and only marginally with MRA. The simplicity of mechanical grinding, one of the methods listed, is offset by the microstructural damage (primarily micro-cracking) caused to the aggregate, the greater amounts of fines produced and the energy intensity of the procedure, particularly where high temperatures are involved [61]. Pre-soaking in water eliminates only the mortar loosely bound to the aggregate, whereas pre-soaking in acid often leads to concrete contamination with ions [63], limiting its use to bulk as opposed to reinforced concrete. Soaking in sodium silicate may induce alkali penetration, raising the risk of the alkali-silica reaction [19] and the use of additions such as silica fume as a pre-treatment adds to concrete production costs [61].

Accelerated carbonation, another technique studied, is based on the reaction between CO₂ and the cement hydration products, portlandite in particular, present in the mortar bound to RA. The calcium carbonate (CaCO₃) forming precipitates in RA pores, densifying its microstructure [40] and enhancing aggregate properties, although the method requires highly specialised facilities and kit. Calcium carbonate precipitation is a similar approach based on the reaction generated by microorganisms, especially bacteria in a culture medium, when in contact with RA. Optimal calcium carbonate formation and bio-deposition on the aggregate surface depends on calcium ion concentration, temperature, bacterial concentration and pH. The bacteria most commonly used by researchers include *Sporosarcina pasteurii* [53,54] and *Bacillus sphaericus* [9].

One last technique for improving RA consists in polymer-mediated surface treatments frequently used in construction and rehabilitation, for their adhesive and waterproof properties afford concrete members surface protection against capillarity and water absorption. Soaking recycled aggregate in polymers has been scantily researched to date and the few papers published focus on recycled concrete aggregate (RCA). Spaeth and Tegguer [21] analysed the improvements in the physical properties of RCA and Kou and Poon [57] both those properties and the durability of the resulting concretes. When recycled aggregate is soaked in an aqueous polymer solution, the polymeric molecules fill the pores by clinging to the aggregate surface, raising density and reducing sorptivity. The potential of using polymers to improve the features of mixed recycled aggregate (MRA) has yet to be addressed, however.

The present study assesses the possible use of polymer soaking to enhance the physical and mechanical properties of MRA. It also determines optimal polymer concentration in the solution, soaking time and drying method and analyses the effect of replacing 100% of the natural gravel fraction (~40% of total aggregate) with treated MRA on new recycled concrete fresh state consistency and hardened state compressive and tensile strength and water permeability.

Table 1

Techniques for improving recycled aggregate properties.

Technique	Type of aggregate	Reference
RA production control	RCA, MRA	[10,29]
Elimination of bound mortar	Mechanical grinding	RCA [12,20,30–32]
	Thermal-mechanical enhancement	RCA [12,31,33,34]
	Pre-soaking in water	RCA [35]
	Pre-soaking in acid	RCA [12,32,36–38]
Surface treatment	Carbonation	RCA [39,40,32,37,41–49]
	Sodium silicate solution	RCA [36,50]
	Cement paste and/or pozzolanic materials	RCA [35,51,52]
	Calcium carbonate precipitation	RCA, MRA [9,53–56]
	Polymers	RCA [21,57]

2. Materials and methods

2.1. Materials

The siliceous ($\text{SiO}_2 > 60\%$) crushed graywacke used as the natural aggregate contained quartz, feldspar and phyllosilicate crystals and three particle size fractions: gravel, NG (12/22 mm); coarse aggregate, NCa (6/12 mm); and sand (0/6 mm). Further to the particle size distribution curves in Fig. 1, all the aggregates were well graded and had a smaller fines (< 0.063 mm) content than the maximum (1.5% for coarse and 20% for non-limestone crushed fine aggregates) specified in Spain's structural concrete code (EHE-08).

The recycled aggregate was supplied by ARAPLASA, a construction and demolition waste management plant located in the Spanish province of Cáceres. This non-uniform aggregate contained concrete and unbound aggregate (~ 88 wt%), masonry materials (~ 10 wt%) and minor percentages of bituminous matter, floating particles and similar. With that composition, it constituted a mixed recycled aggregate (MRA) as defined in the classification proposed by Agrela et al. [11]. The majority compounds in its chemical composition included SiO_2 ,

Al_2O_3 and Fe_2O_3 (> 65 wt%), CaO (~ 13 wt%) and smaller fractions of other oxides (< 4 wt%). Its mineralogy consisted in quartz, potassium feldspar and plagioclase, hematite and calcite crystalline compounds. Its size ranged from 22 mm to 12 mm with a distribution curve similar to the one graphed for natural gravel (Fig. 1).

Its surface was treated with an emulsified, milky white acrylic resin supplied by Fuchs Lubricantes, S.A.U. (Castellbisbal, Barcelona, Spain) with $\text{pH} = 7.5$ to 8.5 and a specific weight of 1050 kg/m^3 .

The binder used was CEM I 42.5 R cement supplied by a Lafarge group plant in the Spanish province of Toledo.

The commercial polycarboxylate superplasticiser added (Bryten NF) was likewise supplied by Fuchs Lubricantes, S.A.U.

2.2. Treatment application to MRA

The procedure for soaking the MRA in the polymer consisted in the following steps (see Fig. 2). The washed and dried (in a ventilated oven at 60°C for 72 h) MRA, confined in metallic meshes, was soaked for 10', 20', 30', 40' or 60' in a 10% or 20% polymer/distilled water solution. It was subsequently spread either on steel trays and dried in a ven-

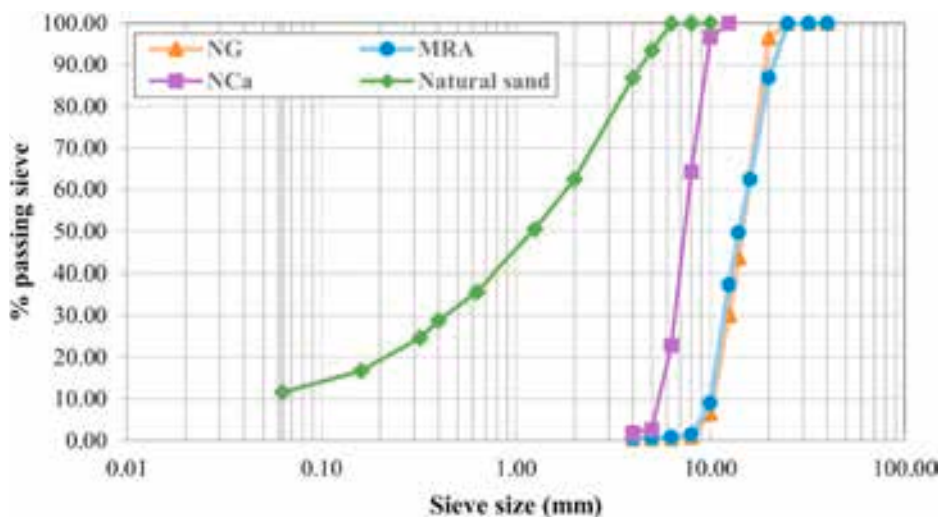


Fig. 1. Particle size distribution curves for the aggregates used.

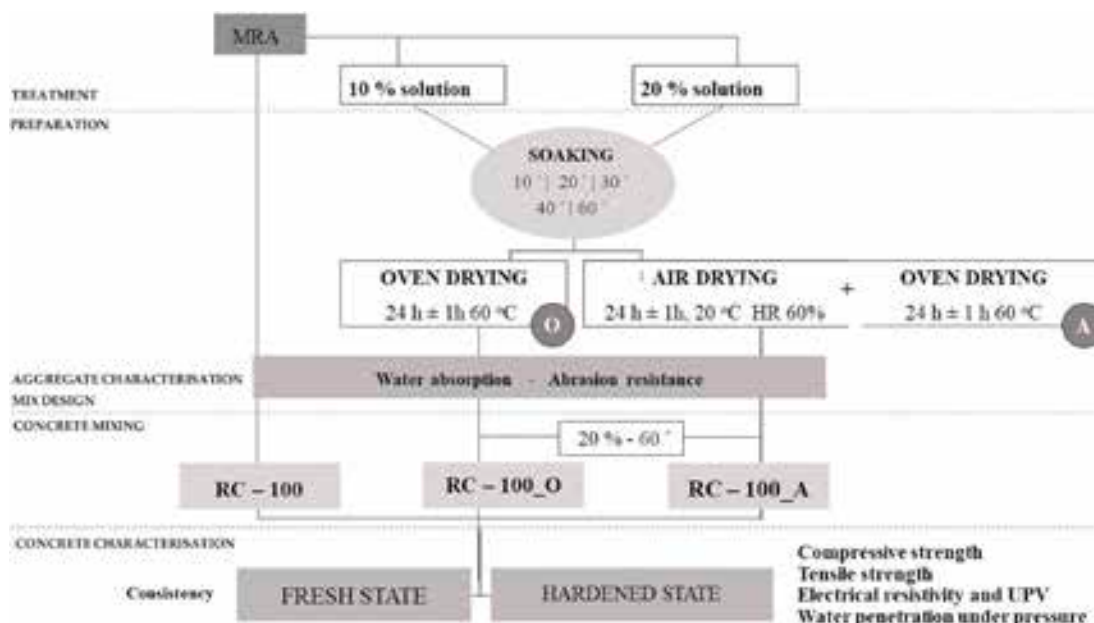


Fig. 2. Experimental procedure flowchart.

tilated oven for 24 ± 1 at 60°C or on plastic trays and air-dried for 24 ± 1 h at 20°C and 60% RH followed by oven drying as above. The resulting 10 sets of samples per concentration were labelled 10'-O, 10'-A, 20'-O, 20'-A, 30'-O, 30'-A, 40'-O, 40'-A, 60'-O and 60'-A.

2.3. Aggregate characterisation

The physical properties determined for the treated and untreated aggregates included density and water absorption as per European standard EN 1097-6 [64]; and coarse aggregate abrasion resistance as in EN 1097-2 [65]. The findings shown are the mean measured on three samples of each type of aggregate. Aggregate microstructure was also studied with scanning electron microscopy (BSE/EDX) to analyse the surface changes induced by the treatment. A total of 72 measurements were taken per MRA treated to establish the thickness of the film formed on the aggregate surfaces.

2.4. Concrete design

The concrete mixes prepared included a conventional concrete with 100% natural aggregate (CC); a reference recycled concrete with 100% untreated MRA (RC-100); and two recycled concretes with a natural gravel (i.e., 12 mm–22 mm aggregate fraction) replacement ratio of 100% treated with the 20% polymer solution for 60' (RC-100_O and RC-100_A). The concentration and soaking time chosen were the conditions observed to deliver the optimal results, further to the statistical tests conducted.

Mix batching was determined using the British method for a 28 d concrete characteristic strength of $f_{ck} = 30$ MPa in a 150 mm \varnothing x 300 mm prismatic specimen with an effective w/c ratio of 0.45 and soft consistency (slump = 6 cm–9 cm). The composition of the concretes prepared is given in Table 2.

The mixes were prepared with dry aggregate. The amount of mixing water was adjusted based on the water absorption kinetics prevailing in each set of treated aggregates to obtain the same effective w/c ratio and with it a similar consistency in all the mixes.

2.5. Concrete characterisation

The workability of the concretes prepared was found with the slump test as described in EN 12350-2 [66]. After moulding, de-moulding and curing, the hardened concrete was tested for 7 d and 28 d compressive strength on 150 mm³ cubic specimens as set out in EN 12390-3 [67] and 28 d tensile strength in cylindrical 100 mm \varnothing x 200 mm high specimens as per EN 12390-6 [68]. Concrete quality was monitored with the Wenner four-point electrical resistivity test as specified in Spanish standard UNE 83988-2 [69] and ultrasonic pulse velocity as described in EN 12504-4 [70] on 150 mm³ saturated cubic specimens. Concrete water permeability was studied as an indirect indication of durability by testing for depth of water penetration under pressure as set out in EN 12390-8 [71] on 150 mm \varnothing x 300 mm high cylindrical specimens. The

Table 2
Concrete batching data.

Component (kg/m ³)	Concrete mix			
	CC	RC-100	RC- 100_O	RC- 100_A
Sand	732.36	689.96	691.89	689.96
Natural coarse aggregate (NCA)	382.96	360.79	361.80	360.79
Natural gravel (NG)	766.69	-	-	-
Untreated recycled gravel	-	701.05	-	-
Treated recycled gravel	-	-	702.89	695.19
Cement	400.00	400.00	400.00	400.00
Water	186.03	224.24	213.47	219.10
Superplasticiser	6.20	6.20	6.20	6.20

findings shown for each property are the mean for three specimens per mix and age.

2.6. Statistical analysis

The effect of oven (O) or air (A) drying on the properties of the treated MRA was studied with a two-way ANOVA, with polymer concentration in the solution and aggregate soaking time as possible interaction factors. Homoscedasticity was tested for with Bartlett's and normality with the Shapiro-Wilk test.

The model shown in Equation (1) was fitted to the two response variables, water absorption and abrasion resistance:

$$Y_{ijk} = \mu_{11} + \alpha_i + \beta_j + \alpha\beta_{ij} + \varepsilon_{ijk}, \quad i = 1, \dots, I; j = 1, \dots, J; k = 1, \dots, n_{ij} \quad (1)$$

where:

- i is the i -th level of the first factor, j the j -th level of the second factor and k the case for a combination of the i -th level of the first and the j -th level of the second factor;
- Y_{ijk} is the value of the response variable for case k ;
- μ_{11} is the mean of the response variable for combination 11 of the two factors;
- $\alpha_i = 0$, $y \alpha_i : i = 2, \dots, I$ is the relative mean effect at μ_{11} resulting from using the i -th instead of the first level of the first factor;
- $\beta_j = 0$, $y \beta_j : j = 2, \dots, J$ is the relative mean effect at μ_{11} resulting from using the j -th instead of the first level of the second factor;
- $\alpha\beta_{ij} = \alpha\beta_{i1} = 0$, $y \alpha\beta_{ij} : i = 2, \dots, I; j = 2, \dots, J$ is the relative mean effect at $\mu_{11} + \alpha_i + \beta_j$ for using the i -th level of the first factor in combination with the j -th level of the second factor or interactive effects;
- ε_{ijk} are disturbances in the model.

The effect of the 20 %-60' treated MRA drying method on recycled concrete performance was determined by a one-way ANOVA. Tukey's honest significant difference (HSD) test was deployed to determine statistical significance.

R The model set out in Equation (2) was fitted to the response variables compressive strength, tensile strength, flexural strength and pressurised water penetration:

$$Y_{ij} = \mu_1 + \alpha_i + \varepsilon_{ij}; \quad i = 1 \dots I; j = 1 \dots n_i \quad (2)$$

where:

- i is the i -th level applied and j the case for that level;
- Y_{ij} is the value of the response variable for the j -th case for the i -th level;
- μ_1 is the mean of the response value for level 1;
- $\alpha_i = 0$, $y \alpha_i : i = 2, \dots, I$ is the relative mean effect at μ_1 resulting from using the i -th instead of the first level;
- ε_{ijk} are disturbances in the model.

A 95% confidence interval was applied in all the tests. The calculations were performed with R, version 3.6.1, a software environment for statistical computing also featuring graphics displays.

3. Results and discussion

3.1. Aggregate properties

3.1.1. Water absorption

The water absorption (WA_{24}) and Los Angeles (LA) coefficients and flakiness index (FI) for the three NA fractions and for untreated MRA

are given in Table 3. The data show that water absorption was greater in MRA than in NA and higher than the 5.0% maximum specified in EHE-08 for aggregate apt for structural concrete. The flakiness index was lower in MRA than in NA and than the upper limit established in the existing legislation. The Los Angeles coefficient for MRA was 1.7-fold higher than in natural gravel but below the ceiling laid down in EHE-08. The lower abrasion resistance and higher absorption in MRA were directly related to the presence of the (high porosity) bound mortar and (high porosity and fragile) masonry material in its composition [11].

The bar graph in Fig. 3 for the 24 h water absorption coefficient (WA_{24}) values by set of treated MRAs shows that the surface treatment induced a 5.49% decline in treated MRA relative to untreated MRA water absorption, with coefficients ranging from 5.04% to 4.10%: i.e., within the 5.0% allowed by EHE-08. For a given concentration and drying method, water absorption was observed to decline linearly with soaking time (correlation coefficient, $R^2 \geq 0.97$). The decrease was least steep in treatment 10%-A and treatment was generally less effective in the air-dried specimens.

Fig. 3 also shows that water absorption declined more relative to the untreated aggregate in the material soaked in the 20% (60 min $\Delta = -25.3\%/ -18.4\%$) than in the 10% (60 min $\Delta = -19.7\%/ -13.1\%$) polymer solution for any given soaking time and drying method. That behaviour was associated with polymer capacity to penetrate the pore system and deposit a surface film on the aggregate (see item 3.1.3).

The decline in MRA water sorptivity recorded here was consistent with findings reported for RCA by authors such as Spaeth and Djerbi Tegguer [21], who observed drops of up to 60% relative to untreated RCA after application of a single coat of a silane-based solution for 5 min. Their samples were subsequently air-dried for 24 h at 20 °C and

Table 3
Physical and mechanical properties of the aggregates studied.

Aggregate	WA_{24} (%)	FI (%)	LA (%)
Natural sand	1.18	-	-
Natural coarse aggregate (NCA)	0.88	21	16.0
Natural gravel (NG)	0.78	25	18.0
Untreated MRA	5.49	10	30.2
EHE-08-specified limit	≤ 5.0	< 35	≤ 40.0

around 50% relative humidity followed by oven-drying at 50 ± 5 °C until mass remained constant within $< 0.1\%$ for 24 h. Similarly, Kou and Poon [57] recorded declines of 44% in 10 mm and 62% in 20 mm RCA after soaking for 24 h in a 10% polymer solution and oven-drying at 60 °C for 24 h.

In this study, the optimal conditions observed were 20%-60'-O, with 25.3% lower water absorption than in the untreated MRA.

3.1.2. Abrasion resistance

The effect of treatment on the MRA Los Angeles coefficient (Fig. 4) was a linear rise ($R^2 \geq 0.86$) with soaking time for a given polymer concentration and drying method. The coefficient values ranged from 28.7% to 20.8%. That result was associated primarily with the densification of the porous surface of the MRA constituents, particularly the concrete and masonry materials.

Fig. 4 shows that the Los Angeles coefficient declined more relative to the untreated aggregate in the material soaked in the 20% (60 min $\Delta = -31.1\%/ -24.54\%$) than in the 10% ($\Delta 60$ min $\Delta = -22.57\%/ -17.3\%$) polymer solution for any given soaking time and drying method.

Those findings were consistent with the 22% decline recorded by Spaeth and Djerbi Tegguer [21] for RCA bearing two coats of polymer and by Wang et al. [9] who observed dips of 3% and 10% in microbially treated MRA under different conditions to induce carbonate precipitation.

As in water absorption, the optimal conditions observed here were 20%-60'-O, where the Los Angeles coefficient was 31.1% lower than in the untreated MRA.

3.1.3. Aggregate microstructure

SEM micrographs and BSE maps for 20%-60'-O-treated MRA are reproduced in Fig. 5 and for the 20%-60'-A-treated aggregate in Fig. 6. Both show the formation of a microscopic film on the MRA surfaces that penetrated very shallowly into their pore systems. The film was 11.50 ± 4.39 μm thick on average in the oven-dried and 10.27 ± 2.68 μm thick in the air-dried aggregates, values consistent with the water absorption and Los Angeles coefficient test results.

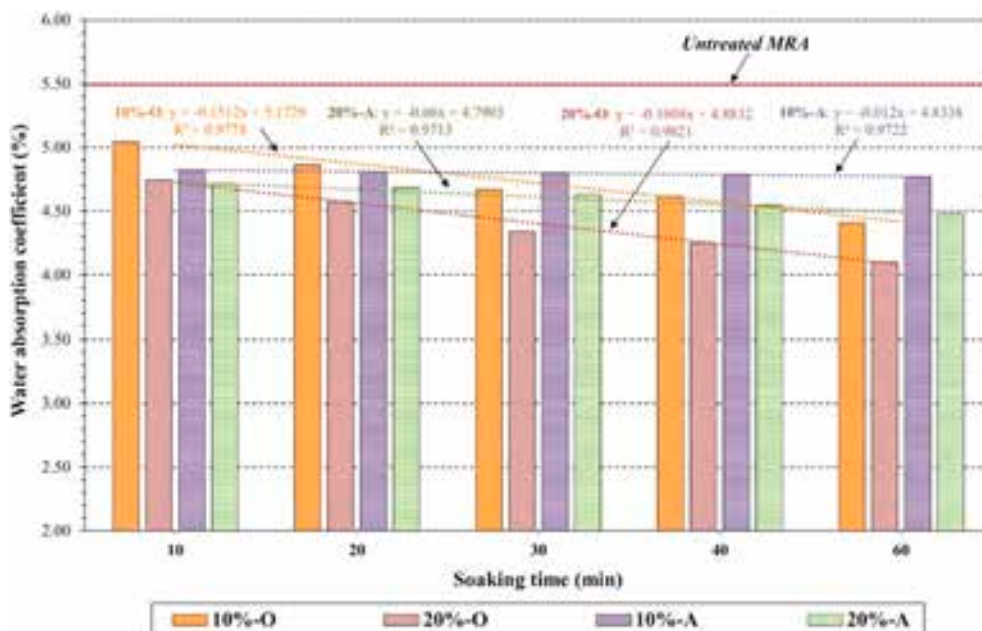


Fig. 3. MRA water absorption coefficient.

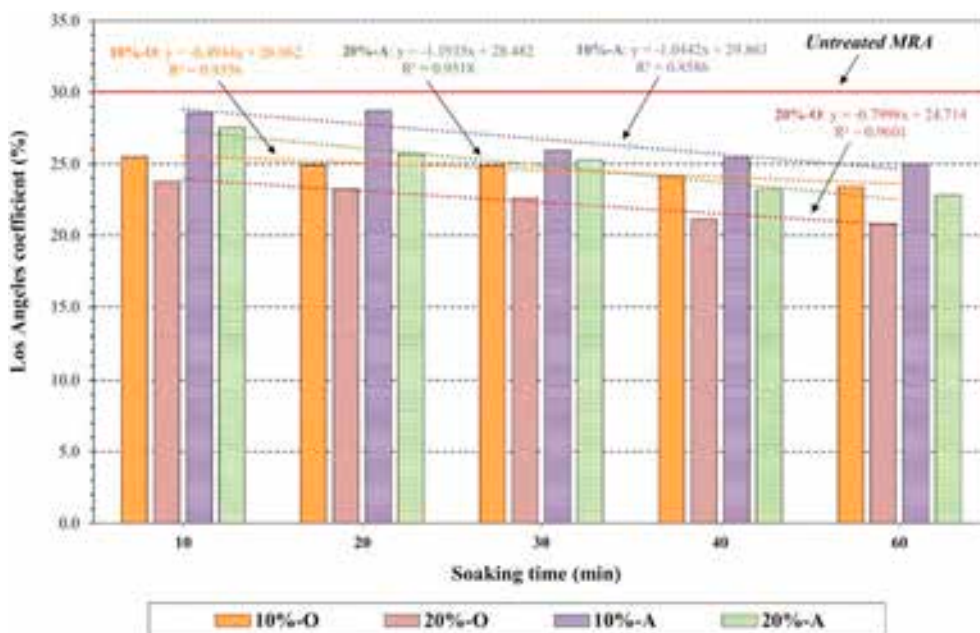


Fig. 4. MRA Los Angeles coefficient.

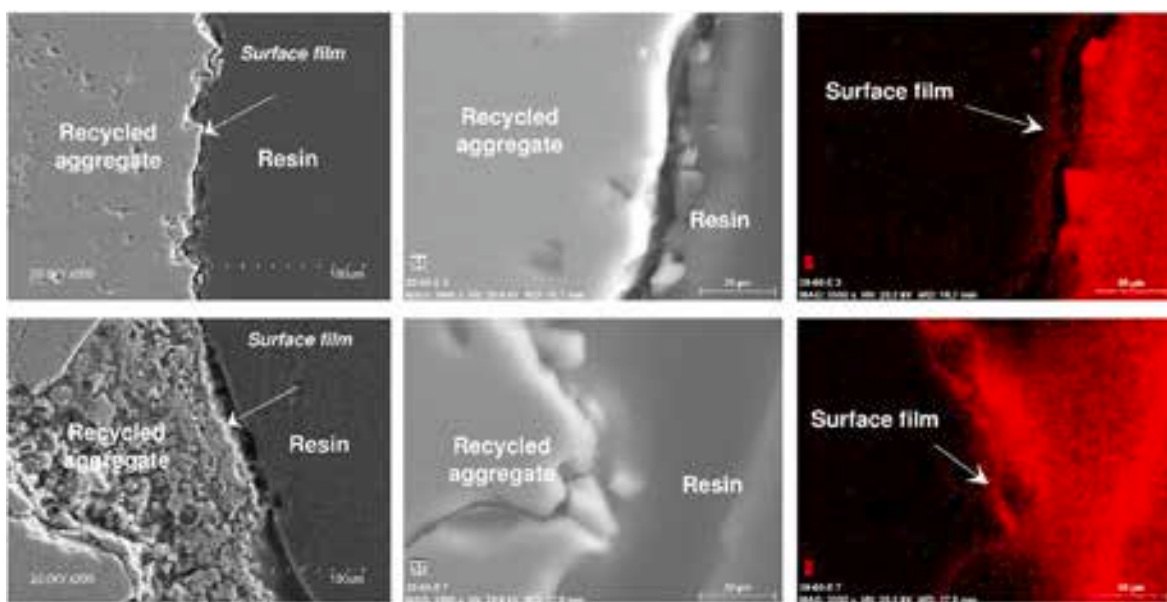


Fig. 5. Sample 20%-60'-O micrograph and map.

3.1.4. Effect of treatment (statistical analysis)

Further to the *p*-values delivered by the statistical model in Equation (1) (assuming two factors with interactive effects) for the water absorption and Los Angeles coefficient response variables, the two factors did not interact. Consequently, a two-way ANOVA with no interaction was applied. Bartlett's test for homoscedasticity yielded *p*-values over 0.05, denoting homogeneity of variance.

The estimated parameters for the model fitted to the water absorption coefficient are given in Table 4 and to the Los Angeles coefficient in Table 5. The α_i parameters refer to soaking time (0'; 10'; 20'; 30'; 40' y 60') and the β_j parameters to concentration (10% and 20%) The Shapiro-Wilk (CS-W) test conducted for each analysis to confirm normality of the model residuals delivered no statistically significant evidence that would warrant rejection of that assumption.

The data in Tables 4 and 5 show that all the levels in all the factors had a significant effect on the response variables (WA₂₄ and LA), irre-

spective of the drying method. The values estimated for parameters α_i and β_j in the models analysed were negative in all cases, an indication that the relative mean effect of applying any of the treatments lowered the values of the response variables relative to the untreated MRA, as observed in Figs. 3 and 4.

The model estimates for the parameters also indicated that the response variable values estimated for the combined levels in both properties and both drying methods declined with soaking time and that those values were lower after soaking in the 20% than in the 10% solution. The statistical model therefore confirmed that the treatments that induced the greatest reduction in the water absorption and Los Angeles coefficients were 20%-60'-O and 20%-60'-A.

The mean effect of treatment 20%-60'-O relative to untreated MRA was -1.49% for the water absorption and -10.51% for the Los Angeles coefficient. The differences recorded for treatment 20%-60'-A were narrower: 1.03% for WA₂₄ and -7.82% for LA.

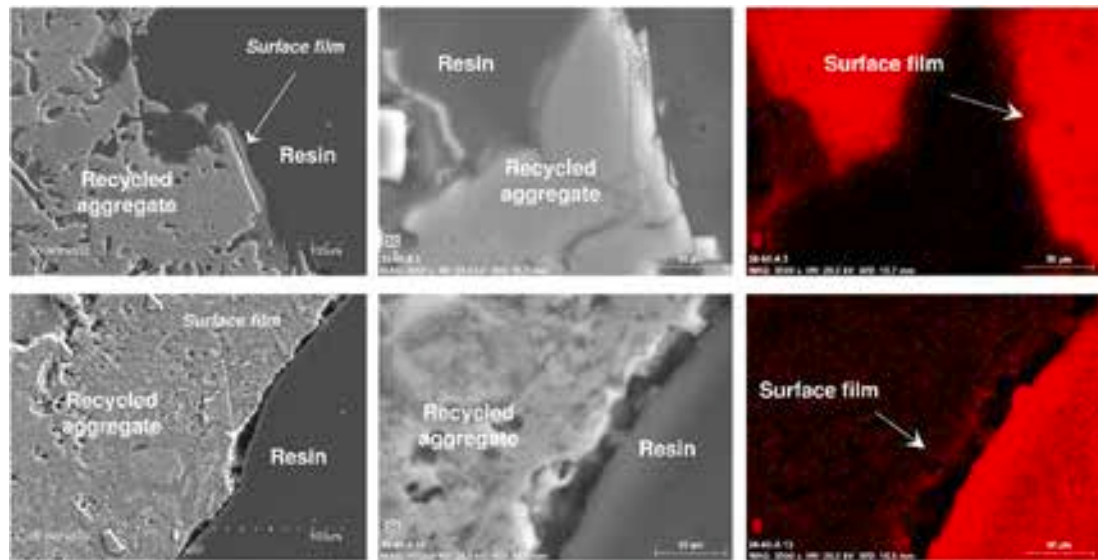


Fig. 6. Sample 20%-60'-A micrograph and map.

Table 4
Model-estimated parameter values for water absorption coefficient and 95% confidence intervals.

Drying method	p-value		Parameter	Estimate	2.5%	97.5%
	BT	S-WT				
Oven	0.87	0.90	μ_{11}	5.62	5.41	5.82
			α_2	-0.60	-0.87	-0.33
			α_3	-0.77	-1.05	-0.50
			α_4	-1.04	-1.31	-0.76
			α_5	-1.06	-1.33	-0.78
			α_6	-1.24	-1.51	-0.96
			β_2	-0.25	-0.41	-0.09
Air	0.82	0.46	μ_{11}	5.57	5.40	5.74
			α_2	-0.73	-0.95	-0.50
			α_3	-0.75	-0.97	-0.53
			α_4	-0.78	-1.00	-0.56
			α_5	-0.82	-1.04	-0.60
			α_6	-0.87	-1.09	-0.64
			β_2	-0.16	-0.28	-0.03

Note. - BT: Bartlett's test; S-WT: Shapiro-Wilk test; μ_{11} : mean absorption coefficient; α_i : soaking time (0', 10', 20', 30', 40', 60'); β_j : concentration (10%, 20%).

Table 5
Model-estimated parameter values for Los Angeles coefficient and 95% confidence intervals.

Drying method	p-value		Parameter	Estimate	2.5%	97.5%
	BT	S-WT				
Oven	0.92	0.91	μ_{11}	31.23	30.07	32.38
			α_2	-5.05	-6.56	-3.54
			α_3	-6.15	-7.66	-4.64
			α_4	-6.45	-7.96	-4.94
			α_5	-7.50	-9.01	-5.99
			α_6	-8.10	-9.61	-6.59
			β_2	-2.05	-2.92	-1.18
Air	0.98	0.89	μ_{11}	30.96	29.36	32.56
			α_2	-2.15	-4.24	-0.06
			α_3	-3.00	-5.09	-0.91
			α_4	-4.60	-6.69	-2.51
			α_5	-5.90	-7.99	-3.81
			α_6	-6.30	-8.39	-4.21
			β_2	-1.52	-2.72	-0.31

Note. - BT: Bartlett's test; S-WT: Shapiro-W test; μ_{11} : mean absorption coefficient; α_i : soaking time (0', 10', 20', 30', 40', 60'); β_j : concentration (10%, 20%).

3.2. Concrete properties

3.2.1. Consistency

Further to the slump values, 7.5 cm for the conventional concrete mix (CC) and 7.0 cm for recycled concretes RC-100, RC-100_O and RC-100_A, workability was unaffected by the use of MRA. All the slump values recorded lay within the soft consistency range (6 cm–9 cm) as defined in EHE-08 and EN 206-1.

Those values were consistent with data reported for recycled concretes prepared with an effective constant w/c ratio according to which the use of 50% [14] or 100% MRA [6] induced no significant effect on concrete rheology. Pandurangan et al. [12], manufacturing acid-, mechanically- and thermally-treated recycled concretes as well as untreated RCA at replacements of 72%–94%, observed similar behaviour.

3.2.2. Hardened state properties; mechanical strength

Table 6 gives the 7 d and 28 d compressive and 28 d splitting tensile strength values for the concretes studied. As all the mixes, irrespective of their granular skeleton, exhibited strength greater than the characteristic design value ($f_{ck} = 30$ MPa) and the mean strength ($f_{cm} = 38$ MPa) established for a 15 cm \varnothing x 30 cm high cylindrical specimen, mechanically speaking they were apt for use in structural applications. Total replacement of natural gravel (NG: 12 mm–22 mm) with either treated or untreated MRA induced a decline of no more than 1.2% relative to the conventional concrete (CC), a much lower percentage than the recycled aggregate replacement ratio. That is attributable to the properties of the ITZ between the untreated MRA and the paste and the ITZ between the treated MRA and the paste, for those features can offset the least favourable properties of recycled compared to natural aggregate, in particular as regards the

Table 6
Mechanical strength in the concretes studied.

Mix/age	Compressive strength (MPa)*		Splitting tensile strength (MPa)
	7 d	28 d	28 d
CC	47.78 ± 0.02	51.2 ± 0.18	3.47 ± 0.30
RC-100	43.53 ± 0.99	51.03 ± 0.91	3.87 ± 0.07
RC-100_O	44.30 ± 0.56	50.47 ± 0.07	3.75 ± 0.27
RC-100_A	43.60 ± 0.36	50.60 ± 0.14	3.65 ± 0.14

Note. - * A conversion factor of 0.90 must be applied to the values shown (for a 150x150x150 mm³ cubic specimen) to obtain mean compressive strength (f_{cm}) for a cylindrical specimen [72].

Los Angeles coefficient. Nonetheless, treatment with the polymer generates a surface film on the MRA (see item 3.1.3) that would give rise to a weaker bond than existing between the untreated recycled aggregate and the paste, where (as earlier studies have shown), the surface texture favours bonding with the cementitious matrix. That value was lower than recorded by other authors using MRA at replacement ratios of $\leq 50\%$, such as Medina et al. [14], with declines of 15%–20%; Martinez-Lage et al. [13], with a drop of $\sim 10\%$ and Mas et al. [25], with values of 4%–39%. Authors using treated RCA also reported greater strength declines than found here for MRA concretes in materials bearing 100% RCA: Kou and Poon [57], 6%–10% declines with polyvinyl alcohol; Xuan et al. [40], $\sim 10\%$ with accelerated carbonation; and Dimitriou et al. [20], 11%–30% with bound mortar removal. All, however, reported a slight rise in compressive strength in RAC made with treated RCA compared to those prepared with untreated recycled concrete aggregate. Kou and Poon [57] noted that the polymer layer formed filled the pores in the bound mortar, improving the aggregate-new paste bond. Other authors such as Katz [35] identified higher strength for RAC bearing treated aggregate than for NAC, with rises of 13%–16% after soaking in silica fume and $\sim 7\%$ higher after ultrasonic cleaning. Those data may appear to attest to a beneficial effect on strength in concrete bearing treated crushed concrete aggregate not observed in materials made with masonry materials, unbound aggregates or other impurities.

The use of MRA led to minor rises in splitting tensile strength relative to CC, namely 11.5% in RC-100, 8.1% in RC-100-O and 5.2% in RC-100-A. That improvement in new concrete performance might be associated with fuller integration of the MRA in the cementitious matrix and the effect of the micro-properties (the low elastic modulus in particular) of the ITZ between the main components (bound mortar, unbound aggregate and masonry materials) of the recycled aggregate and the paste, as observed earlier in concretes bearing sanitary ware or mixed recycled aggregates [26,73]. In the present study treatment was found to induce a slight ($< 5.7\%$) decline in strength in the new concretes relative to RC-100, due to the weaker ITZ between the treated MRA and the paste than observed between the untreated MRA and the paste. A similar downturn (6.5%) was observed by Kou and Poon [57] for concretes made with polymer-soaked, oven-dried RCA relative to recycled aggregate concrete with untreated RCA, but not for concretes bearing treated and air-dried RCA, where they recorded a 1.1% improvement. Wu et al. [74] observed no synergies in the use of carbonated RCA with a two-stage mixing approach (TSMA), for concrete tensile strength declined, whereas the use of a normal mixing approach (NMA) delivered improvements of up to 37.1%. Kou et al. [44] found up to 6.6% higher splitting tensile strength in concretes bearing carbonated RCA than those with untreated aggregate.

3.2.3. Strength parameters

The percentage contribution of the recycled mixed aggregate to 28-day concrete strength (P_{28}) was found using strength parameters (Table 7) calculated as described in studies by Medina et al. [75] and Cachim

Table 7
Strength parameters.

	Concrete mix	q	R _b	R _r	K	P _{28days}
Compressive strength	CC	100	0.51	0.00	1.00	0.00
	RC-100	59.33	0.86	0.35	1.68	40.48
	RC-100_O	59.33	0.85	0.34	1.66	39.81
	RC-100_A	59.33	0.85	0.34	1.67	39.97
Splitting tensile strength	CC	100	0.03	0.00	0.07	0.00
	RC-100	59.33	0.07	0.03	0.13	46.80
	RC-100_O	59.33	0.07	0.03	0.13	47.88
	RC-100_A	59.33	0.06	0.03	0.12	44.36

Note. - R_b = f_{cm}/q ; R_r = R_b-R_b(RC); P₂₈ = $100*(R_r/R_b)$; f_{cm} = mean compressive or splitting tensile strength.

[76]. Further to the nomenclature proposed by those authors, q is percentage of coarse natural aggregate, R_b the contribution of the natural aggregate to compressive strength (28 d conventional concrete strength divided by the fraction of natural aggregate in the total aggregate); and R_r the contribution of the recycled aggregate to strength (R_b minus 28 d concrete strength divided by the fraction of natural aggregate in the total aggregate). P_{28days}, in turn, is the 28 d percentage contribution of the recycled aggregate to concrete strength, calculated as R_r/R_b*100 . A P value larger than the replacement ratio for natural aggregate (100% NG $\sim 40\%$ of total aggregate) denotes a positive contribution of the recycled aggregate to strength.

Table 7 gives the 28 d compressive and splitting tensile strength parameters for the concretes studied. Based on those data, the use of treated (MRA-20%-O or MRA-20%-A) or untreated (MRA) mixed recycled aggregate had only a minor adverse effect on compressive strength and in contrast a beneficial effect ($P > 40\%$) on splitting tensile strength, which was more significant for the polymer-treated, oven-dried aggregates.

3.2.4. Quality indicators: electrical resistivity and ultrasonic pulse velocity

The variation over time in the electrical resistivity values for the saturated concretes plotted in Fig. 7 shows that this indirect indicator of durability rose with curing time in all the materials. That finding was associated with the densification of the cementitious matrix attendant upon cement hydration and the concomitant change in pore structure [77,78]. Fig. 7 also shows that the 28 d electrical resistivity for RC-100 was 10% lower than in CC, a decline consistent with the 28 d drop observed by Cantero et al. [79] for concretes made with 100% MRA. Authors assessing electrical resistivity in recycled concretes with up to 100% RCA [80,81] and up to 50% MRA [82] attributed the declines in this durability indicator with rising replacement ratio to an increase in concrete porosity as a result of the porosity of the bound mortar and masonry material in the recycled aggregate.

The concretes made with treated MRA reached higher resistivity values than both those bearing untreated MRA and the reference concrete (CC). Electrical resistivity in 28 d RC-100_O was 15% and RC-100_A 19% higher than in RC-100. Those findings were attributed to the formation of a film on the aggregate surface and the concomitant decline in surface porosity in the treated MRAs, along with a reduction in ion transport due to lesser pore network connectivity that would enhance new concrete durability. Xuan et al. [39] found analogous results for electrical conductivity (inverse of resistivity) in carbonated RCA-bearing recycled concretes. At a replacement ratio of 100%, the use of such treated aggregates induced a 15% decline in 56 d concrete conductivity relative to materials bearing untreated aggregate.

The ultrasonic pulse velocity (UPV) data for 7 d and 28 d concretes in Table 8 show that UPV was $< 1\%$ lower in RC-100 than in CC, as expected in light of the compressive strength findings described in item 3.2.2. That decline was less steep than the 28 d values recorded by other authors replacing 100% NA with RCA: 6%–13% [80,83–85] or MRA (16%–19%) [23,83].

Performance after 28 d was 8% higher in RC-100_O and 1% higher in RC-100_A than in RC-100. In other words, oven-drying delivered greater improvement.

As all the materials analysed exhibited UPV values > 4500 m/s, all met the excellent quality criterion defined by Saint-Pierre et al. [86], lending further support to the utility of treating MRA surfaces to improve the quality of recycled concretes.

3.2.5. Durability: water impermeability

According to the mean and maximum depths of water penetration under pressure listed in Table 8, all the concretes were EHE-08-compliant ($P_{max} \leq 30$ mm and $P_{mean} \leq 20$ mm) for the most aggressive exposure classes. The pore structure of these recycled concretes therefore ensured suitable impermeability throughout their service lives. RC-

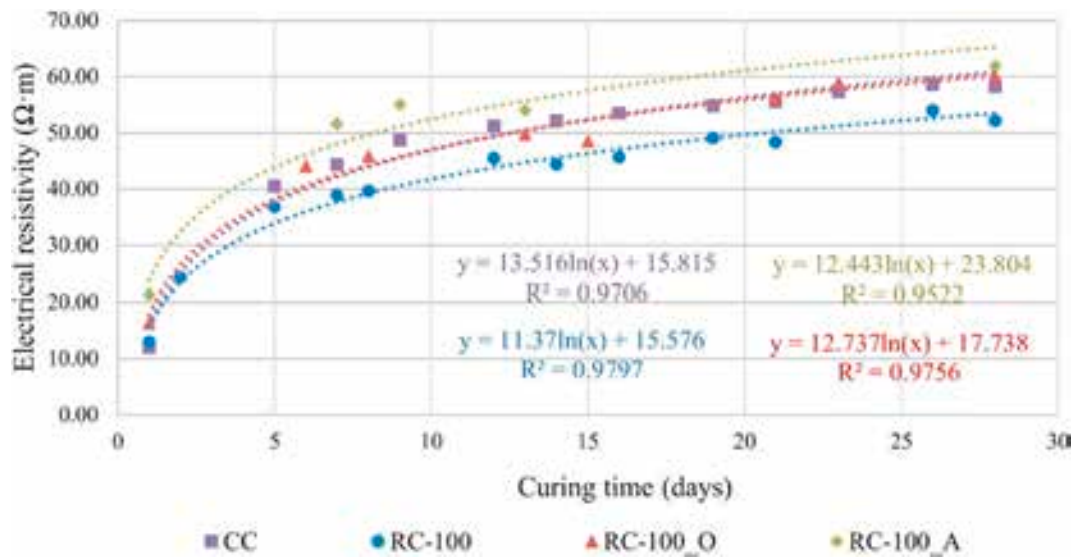


Fig. 7. Electrical resistivity in the concretes studied.

Table 8
UPV and depth of water penetration under pressure in the concretes studied.

Mix/age	UPV (m/s)		Penetration (mm)	
	7 d	28 d	P _{max}	P _{mean}
CC	4159	4693	12.52	5.98
RC-100	4118	4652	17.62	8.26
RC-100_O	4511	5026	12.19	5.89
RC-100_A	4477	4715	10.52	3.45

100 exhibited maximum penetration 41%, and mean penetration 38%, higher than recorded for CC. A number of authors have reported that recycled concretes with masonry materials are less water-impermeable [87] than conventional concretes and that water penetration rises with rising replacement ratio [25,79].

The photographs in Fig. 8 show the penetration fronts in CC, RC-100, RC-100_O and RC-100_A specimens. Treating the MRA used in

concrete led to a 31% decline in maximum and 29% lower mean penetration in RC-100_O and a 40% decline in maximum and 58% lower mean penetration in RC-100_A than in RC-100. The concretes with treated aggregate were also less permeable than conventional concrete (CC).

Those findings may be attributed to the dependence of penetration on mean pore diameter, macropore volume, total porosity and pore network connectivity, among others [88]. The formation of an impermeable film around the aggregates after polymer soaking might decrease inter-macropore connections and act as a barrier to water ingress into the concretes.

3.2.6. Effect of treating MRA on mechanical properties and water permeability (statistical analysis)

Table 9 lists the one-way ANOVA findings for the response variables compressive and tensile strength and maximum and mean water permeability.

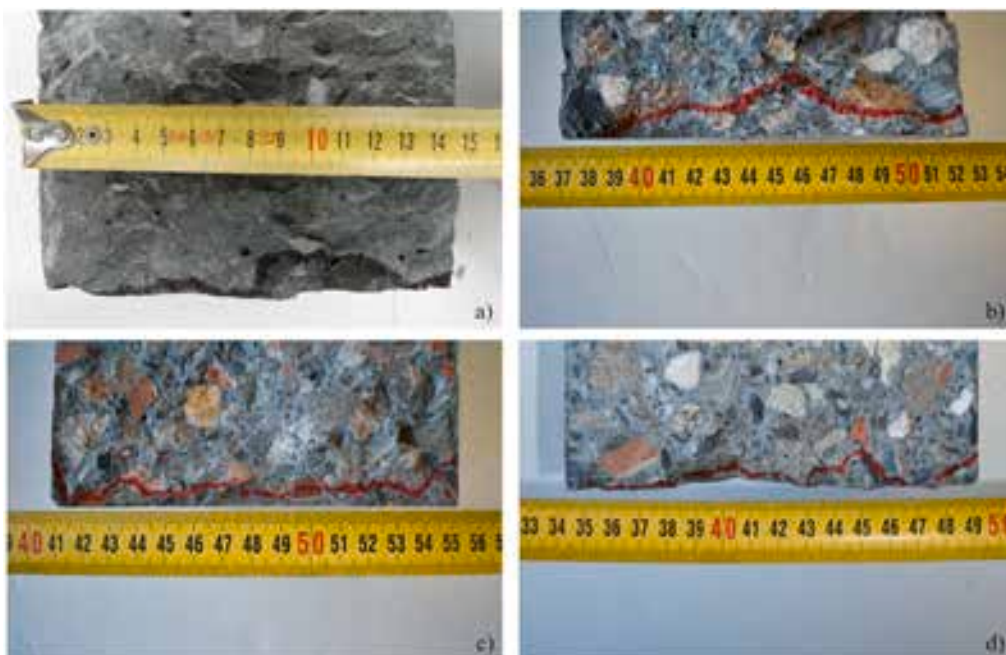


Fig. 8. Water under pressure penetration fronts in concretes: a) CC; b) RC-100; c) RC-100_O and d) RC-100_A.

Table 9
ANOVA statistical parameters, 95% confidence intervals and model assumptions.

Property	Mix	Parameter	BT <i>p</i> -value	ANOVA <i>p</i> -value	Interval		S-WT <i>p</i> -value
					2.5	97.5	
Compressive strength	RC-100	μ_{11}	0.46	<0.05	50.44	51.56	0.89
	RC-100_O	α_2		0.17	-1.29	0.29	
	RC-100_A	α_3		0.23	-1.23	0.36	
Splitting tensile strength	RC-100	μ_{11}	0.53	<0.05	3.73	4.02	0.91
	RC-100_O	α_2		0.19	-0.33	0.08	
	RC-100_A	α_3		<0.05	-0.42	-0.02	
Maximum penetration of water under pressure	RC-100	μ_{11}	0.36	<0.05	15.65	19.59	0.07
	RC-100_O	α_2		<0.05	-8.22	-2.64	
	RC-100_A	α_3		<0.05	-9.89	-4.31	
Mean penetration of water under pressure	RC-100	μ_{11}	0.37	<0.05	7.40	9.12	0.73
	RC-100_O	α_2		<0.05	-3.59	-1.16	
	RC-100_A	α_3		<0.05	-6.03	-3.60	

With *p*-values of over 0.05, none of the analyses yielded significant statistical evidence that would entail rejecting homoscedasticity (BT) or normality (S-WT). Table 10 lists the Tukey honest significant difference (HSD) values for multiple comparisons used to determine whether the differences between the means for the drying method factor levels were significant.

The Tukey method for testing the null hypothesis for compressive and splitting tensile strength yielded *p*-values of over 0.05, confirming the lack of statistical evidence for rejecting a nil difference between the means of the response variables for each factor level. Consequently, neither the treatment itself nor the use of oven or air drying had any significant effect on new concrete strength.

In contrast, the null hypothesis was rejected for penetration depth, given that when tested with the Tukey method the *p*-values (*P* adj) were under 0.05. Therefore, both application of the treatment and the choice of oven or air drying had a significant effect on the (mean and maximum) depths of penetration of water under pressure in the concretes

Table 10
Tukey's HSD test results.

Multiple comparison between treatments	Compressive strength (MPa)		Tensile strength (MPa)		Maximum penetration of water under pressure (mm)		Mean penetration of water under pressure (mm)	
	Diff	<i>P</i> adj	diff	<i>P</i> adj	diff	<i>P</i> adj	diff	<i>P</i> adj
RC-100_60O – RC-100	-0.08	0.94	-0.12	0.36	-5.43	<0.05	-2.37	<0.05
RC-100_60A – RC-100	0.05	0.98	-0.22	0.08	-7.10	<0.05	-4.81	<0.05
RC-100_60A – RC-100_60O	0.13	0.85	-0.10	0.51	-1.67	<0.05	-2.44	<0.05

Note. - *diff*: estimated difference estimation; *P* adj: mean difference equal zero contrast of hypothesis.

and with it material permeability. The effect of oven drying relative to the use of untreated recycled aggregate (RC-100_O - RC-100) would be estimated as the decline in maximum (-5.43 mm) and mean (-2.37 mm) penetration depths of water under pressure; and for air drying, (RC-100_A - RC-100) -7.10 mm and -4.81 mm, respectively. The effect of air instead of oven drying (RC-100_A - RC-100_O) would be estimated as the decline in maximum (-1.67 mm) and mean (-2.44 mm) penetration depth of water under pressure in the former relative to the latter. Air drying was consequently found to be the optimal method for reducing permeability in these new concretes.

3.3. Practical implications for the construction industry

The summary in Table 11 of the cost of manufacturing the concretes analysed here affords an overview of the scenarios studied. The price of natural aggregate is lower in Spain than in other countries due to the abundance of that resource on Spanish soil, where it can be readily quarried. The prices listed (€/t) would be much higher in nations with stricter legal constraints on natural resource extraction or where NA is scarcer, rendering the valorisation of recycled aggregates for use in construction more economically competitive. Even so, the table shows that the mix with untreated MRA is the least expensive, with a price per m³ of concrete 6.40% lower than in the material prepared with natural aggregate (CC). That finding is consistent with the results of a study by Dimitriu et al. [20], who observed a 5% decline in manufacturing costs for recycled concrete aggregate at a replacement ratio of 50%.

Depending on the type of treatment, the new concretes carried a higher production cost than CC, by 16.93% for RC-100_O and 17.74% RC-100_A. Those differences were directly attributable to the cost of the polymer, which amounted to €11.15/m³ concrete where oven-dried (O) and €11.58/m³ if air + oven-dried (A). Along those same lines, Shaban et al. [89] reported that polymer-based, as other types of pre-processing (chemical, chemical-mechanical or thermal treatment, calcium carbonate biodeposition and sodium silicate solutions) applied to improve the quality of recycled aggregate, raised the cost of the end product.

The costs in Table 11 do not include the investment in the facilities required (aggregate-soaking tanks or deposits, heaters or similar to raise the temperature to 60 °C for 24 h and vats to process the waste generated) for industrial-scale treatment. That need for concrete plant reconditioning constitutes an additional barrier to implementation of this and other types of treatment (traditional heating, microwave heating and calcium carbonate biodeposition [89]) that improve recycled aggregate quality. The advantages of the method include the simplicity of the technology involved, obviating the need for singular facilities or highly qualified staff, and the fact that it would not compromise reuse of the new concretes at the end of their service life.

Table 11
Cost of mixes studied.

Component	Unit price (€/t)	Concrete mix			
		CC	RC-100	RC-100_O	RC-100_A
Sand	6.79	4.97	4.68	4.70	4.68
Natural coarse aggregate	6.54	2.50	2.36	2.37	2.36
Natural gravel	6.34	4.86	0.00	0.00	0.00
Recycled gravel	3.15	0.00	2.21	2.21	2.19
Cement	88.60	35.44	35.44	35.44	35.44
Water	0.50	0.09	0.11	0.11	0.11
Admixture	1.56	0.01	0.01	0.01	0.01
Treatment (€/m ³)	-	0.00	0.00	11.15	11.58
€/m ³ concrete	-	47.88	44.81	55.99	56.37

Note. - Treatment cost includes cost of polymer, electric power required to heat the aggregate and percentage of solution consumed during treatment; unit prices drawn from database used for civil engineering design.

The environmental impact of treatment, in turn, would include an increase in recycled aggregate embedded energy (MJ/kg) and CO₂ emissions (kgCO₂eq./kg), as observed in silane and paraffin treatments of both recycled concrete aggregate and recycled masonry aggregate [90]. That rise would be offset, however, by the beneficial effects of efficient MRA management and the non-quarrying of natural aggregate.

At the same time, as in the case of biodeposition and biocementation, the present methodology must afford further added value if it is to be competitive and industrially applicable, as pointed out by De Muynck et al. [55]. The added value of the treatment proposed here consists in the reduction of concrete permeability and ion mobility. Both might contribute to optimising the minimum cover required by the existing legislation for certain types of environmental exposure or lessening the maintenance needed by these new concretes, given their lower permeability than found in conventional concretes. That would enable the construction industry to lighten the environmental impact of its business and enhance mixed construction and demolition waste management.

4. Conclusions

The conclusions drawn from this research are listed below.

- The treatment studied improved MRA physical properties, lowering the water absorption and Los Angeles coefficients by surrounding the aggregate with an impermeable layer able to fill pores, prevent water ingress in the capillary network and densify aggregate microstructure.
- The conditions that optimised improvements in MRA properties were soaking in a 20% solution for 60' and oven drying (20%-60'-O), which resulted in a 25% decline in the water absorption and a 31% decline in the Los Angeles coefficient.
- The two-way statistical analysis conducted for the two MRA properties studied showed that the treatment, particularly when consisting in soaking in 20%-60', had significant effects on the response variables under both drying methods assessed.
- Total replacement of the natural gravel fraction (NG: 12 mm–22 mm) with either treated or untreated MRA induced a decline in maximum compressive strength of no more than 1.2% relative to the conventional concrete (CC).
- The use of treated MRA raised splitting tensile strength by 5.2% and untreated MRA by 11.5% relative to CC.
- The recycled concretes prepared had an impermeable pore structure and were EHE-08-compliant for the most aggressive environmental exposure classes ($P_{\max} \leq 30$ mm and $P_{\text{mean}} \leq 20$ mm). Application of the treatment also lowered pressurised water penetration to below the CC value.
- The one-way ANOVA conducted for the properties of recycled concretes with untreated (RC-100) and treated (RC-100_O and RC-100_A) MRA showed that polymer treatment had no significant effect on concrete mechanical strength. In contrast, durability was improved, in particular with treatment 20%-60'-A.
- Concrete quality control parameters UPV and electrical resistivity exhibited values consistent with the findings for compressive strength and its variation over time. All the concretes met the UPV > 4500 m/s excellent quality criterion. Best performance was observed in the materials bearing modified MRA, and specifically those with 20%-60'-A-treated aggregate.
- The use of untreated MRA entails a 6% savings in mix manufacture relative to concrete with natural aggregate. Applying the new treatment would raise costs by 17% relative to conventional materials. Nonetheless, the environmental benefits and enhanced durability featured by treated MRA would offset the economic costs of its industrial-scale use.

CRedit authorship contribution statement

P. Velardo: Conceptualization, Methodology, Formal analysis, Investigation, Writing - original draft, Writing - review & editing. **I.F. Sáez del Bosque:** Conceptualization, Methodology, Writing - review & editing, Supervision, Project administration. **A. Matías:** Methodology, Writing - review & editing. **M.I. Sánchez de Rojas:** Resources, Writing - review & editing. **C. Medina:** Writing - review & editing, Supervision, Project administration, Funding acquisition, All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgements

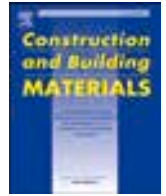
This study was funded under European Regional Development Fund (ERDF) Interreg-POCTEP research grant 0008_ECO2CIR_4_E for the 'Project for cross-border cooperation to introduce the eco- and circular economy by reducing waste generation and enhancing waste recycling, management and valorisation in Central Spain, Extremadura and Alentejo' and, in conjunction with the Government of Extremadura and ERDF under grant GR 18122 awarded to the MATERIA research group. Finally, Paula Velardo is benefitted from Ministry of Education, Culture and Sport pre-doctoral grant FPU17/06093.

References

- [1] Z. Xiong, Q. Cai, F. Liu, L. Li, Y. Long, Dynamic performance of RAC-filled double-skin tubular columns subjected to cyclic axial compression, *Construct. Build. Mater.* 248 (2020) 118665.
- [2] A. Akhtar, A.K. Sarmah, Construction and demolition waste generation and properties of recycled aggregate concrete: a global perspective, *J. Clean. Prod.* 186 (2018) 262–281.
- [3] European Commission, Eurostat, 2020 Access date: 01/03/2020 https://ec.europa.eu/eurostat/statistics-explained/index.php/Waste_statistics#Total_waste_generation.
- [4] European Commission, Towards a circular economy: a zero waste programme for Europe, Brussels, 2014, p. 14.
- [5] European Commission, Directive 2008/98/CE of the European parliament and of the council of 19 november 2008 on waste and repealing certain directives, *Official Journal of the European Union*, 2008, p. 30.
- [6] B. Cantero, I.F. Sáez del Bosque, A. Matías, C. Medina, Statistically significant effects of mixed recycled aggregate on the physical-mechanical properties of structural concretes, *Construct. Build. Mater.* 185 (2018) 93–101.
- [7] M.J. McGinnis, M. Davis, A. de la Rosa, B.D. Weldon, Y.C. Kurama, Strength and stiffness of concrete with recycled concrete aggregates, *Construct. Build. Mater.* 154 (2017) 258–269.
- [8] C. Zheng, C. Lou, G. Du, X. Li, Z. Liu, L. Li, Mechanical properties of recycled concrete with demolished waste concrete aggregate and clay brick aggregate, *Results in Physics* 9 (2018) 1317–1322.
- [9] J. Wang, B. Vandevyvere, S. Vanhessche, J. Schoon, N. Boon, N. De Belie, Microbial carbonate precipitation for the improvement of quality of recycled aggregates, *J. Clean. Prod.* 156 (2017) 355–366.
- [10] I. Vegas, K. Broos, P. Nielsen, O. Lambert, A. Lisbona, Upgrading the quality of mixed recycled aggregates from construction and demolition waste by using near-infrared sorting technology, *Construct. Build. Mater.* 75 (2015) 121–128.
- [11] F. Agrelá, M. Sánchez de Juan, J. Ayuso, V.L. Geraldes, J.R. Jimenez, Limiting properties in the characterisation of mixed recycled aggregates for use in the manufacture of concrete, *Construct. Build. Mater.* 25 (2011) 3950–3955.
- [12] K. Pandurangan, A. Dayanithy, S.O. Prakash, Influence of treatment methods on the bond strength of recycled aggregate concrete, *Construct. Build. Mater.* 120 (2016) 212–221.
- [13] I. Martínez-Lage, F. Martínez-Abella, C. Vázquez-Herrero, J.L. Pérez-Ordóñez, Properties of plain concrete made with mixed recycled coarse aggregate, *Construct. Build. Mater.* 37 (2012) 171–176.
- [14] C. Medina, W. Zhu, T. Howind, M.I. Sánchez de Rojas, M. Frias, Influence of mixed recycled aggregate on the physical - mechanical properties of recycled concrete, *J. Clean. Prod.* 68 (2014) 216–225.
- [15] C. Medina, W. Zhu, T. Howind, M. Frias, M.I.S. de Rojas, Effect of the constituents (asphalt, clay materials, floating particles and fines) of construction and demolition waste on the properties of recycled concretes, *Construct. Build. Mater.* 79 (2015) 22–33.

- [16] P.S. Lovato, E. Possan, D.C.C.D. Molin, Á.B. Masuero, J.L.D. Ribeiro, Modeling of mechanical properties and durability of recycled aggregate concretes, *Construct. Build. Mater.* 26 (2012) 437–447.
- [17] K.P. Verian, W. Ashraf, Y. Cao, Properties of recycled concrete aggregate and their influence in new concrete production, *Resour. Conserv. Recycl.* 133 (2018) 30–49.
- [18] G. Bonifazi, R. Palmieri, S. Serranti, Evaluation of attached mortar on recycled concrete aggregates by hyperspectral imaging, *Construct. Build. Mater.* 169 (2018) 835–842.
- [19] C. Shi, Y. Li, J. Zhang, W. Li, L. Chong, Z. Xie, Performance enhancement of recycled concrete aggregate - a review, *J. Clean. Prod.* 112 (2016) 466–472.
- [20] G. Dimitriou, P. Savva, M.F. Petrou, Enhancing mechanical and durability properties of recycled aggregate concrete, *Construct. Build. Mater.* 158 (2018) 228–235.
- [21] V. Spaeth, A. Djerbi Teggner, Improvement of recycled concrete aggregate properties by polymer treatments, *International Journal of Sustainable Built Environment* 2 (2013) 143–152.
- [22] Y.-N. Sheen, H.-Y. Wang, Y.-P. Juang, D.-H. Le, Assessment on the engineering properties of ready-mixed concrete using recycled aggregates, *Construct. Build. Mater.* 45 (2013) 298–305.
- [23] A. Gonzalez-Corominas, M. Etxeberria, Properties of high performance concrete made with recycled fine ceramic and coarse mixed aggregates, *Construct. Build. Mater.* 68 (2014) 618–626.
- [24] M.C.S. Nepomuceno, R.A.S. Isidoro, J.P.G. Catarino, Mechanical performance evaluation of concrete made with recycled ceramic coarse aggregates from industrial brick waste, *Construct. Build. Mater.* 165 (2018) 284–294.
- [25] B. Mas, A. Cladera, T. del Olmo, F. Pitarch, Influence of the amount of mixed recycled aggregates on the properties of concrete for non-structural use, *Construct. Build. Mater.* 27 (2012) 612–622.
- [26] I.F. Sáez del Bosque, W. Zhu, T. Howind, A. Matías, M.I. Sánchez de Rojas, C. Medina, Properties of interfacial transition zones (ITZs) in concrete containing recycled mixed aggregate, *Cement Concr. Compos.* 81 (2017) 25–34.
- [27] H.-J. Chen, T. Yen, K.-H. Chen, Use of building rubbles as recycled aggregates, *Cement Concr. Res.* 33 (2003) 125–132.
- [28] B. Mas, A. Cladera, J. Bestard, D. Muntaner, C.E. López, S. Piña, J. Prades, Concrete with mixed recycled aggregates: influence of the type of cement, *Construct. Build. Mater.* 34 (2012) 430–441.
- [29] J. Andral, M. Shehata, P. Zacarias, Properties of concrete containing recycled concrete aggregate of preserved quality, *Construct. Build. Mater.* 125 (2016) 842–855.
- [30] D. Montgomery, Workability and compressive strength properties of concrete containing recycled concrete aggregate, *Sustainable Construction: Use of Recycled Concrete Aggregate-Proceedings of the International Symposium Held at Department of Trade and Industry Conference Centre, 1998 London, UK.*
- [31] E. Pawluczuk, K. Kalinowska-Wichrowska, M. Bołtryk, J.R. Jiménez, J.M. Fernández, The influence of heat and mechanical treatment of concrete rubble on the properties of recycled aggregate concrete, *Materials* (2019) 12.
- [32] S.M.S. Kazmi, M.J. Munir, Y.-F. Wu, I. Patnaikuni, Y. Zhou, F. Xing, Influence of different treatment methods on the mechanical behavior of recycled aggregate concrete: a comparative study, *Cement Concr. Compos.* 104 (2019) 103398.
- [33] K. Bru, S. Touzé, F. Bourgeois, N. Lippiatt, Y. Ménard, Assessment of a microwave-assisted recycling process for the recovery of high-quality aggregates from concrete waste, *Int. J. Miner. Process.* 126 (2014) 90–98.
- [34] A. Akbarnezhad, K.C.G. Ong, M.H. Zhang, C.T. Tam, T.W.J. Foo, Microwave-assisted beneficiation of recycled concrete aggregates, *Construct. Build. Mater.* 25 (2011) 3469–3479.
- [35] A. Katz, Treatments for the improvement of recycled aggregate, *J. Mater. Civ. Eng.* 16 (2004) 597–603.
- [36] H. Katkhuda, N. Shatarat, Shear behavior of reinforced concrete beams using treated recycled concrete aggregate, *Construct. Build. Mater.* 125 (2016) 63–71.
- [37] A. Radevic, I. Despotovic, D. Zacic, M. Oreskovic, D. Jevtic, Influence OF acid treatment and carbonation ON the properties OF recycled concrete aggregate, *Chem. Ind. Chem. Eng. Q.* 24 (2018) 23–30.
- [38] V.W.Y. Tam, C.M. Tam, K.N. Le, Removal of cement mortar remains from recycled aggregate using pre-soaking approaches, *Resour. Conserv. Recycl.* 50 (2007) 82–101.
- [39] D. Xuan, B. Zhan, C.S. Poon, Durability of recycled aggregate concrete prepared with carbonated recycled concrete aggregates, *Cement Concr. Compos.* 84 (2017) 214–221.
- [40] D. Xuan, B. Zhan, C.S. Poon, Assessment of mechanical properties of concrete incorporating carbonated recycled concrete aggregates, *Cement Concr. Compos.* 65 (2016) 67–74.
- [41] J. Zhang, C. Shi, Y. Li, X. Pan, C.-S. Poon, Z. Xie, Influence of carbonated recycled concrete aggregate on properties of cement mortar, *Construct. Build. Mater.* 98 (2015) 1–7.
- [42] M. Thiery, P. Dangla, P. Belin, G. Habert, N. Rousset, Carbonation kinetics of a bed of recycled concrete aggregates: a laboratory study on model materials, *Cement Concr. Res.* 46 (2013) 50–65.
- [43] B. Zhan, C.S. Poon, Q. Liu, S. Kou, C. Shi, Experimental study on CO₂ curing for enhancement of recycled aggregate properties, *Construct. Build. Mater.* 67 (2014) 3–7.
- [44] S.-C. Kou, B.-j. Zhan, C.-S. Poon, Use of a CO₂ curing step to improve the properties of concrete prepared with recycled aggregates, *Cement Concr. Compos.* 45 (2014) 22–28.
- [45] J. Wang, J. Zhang, D. Cao, H. Dang, B. Ding, Comparison of recycled aggregate treatment methods on the performance for recycled concrete, *Construct. Build. Mater.* 234 (2020) 117366.
- [46] B.J. Zhan, D.X. Xuan, W. Zeng, C.S. Poon, Carbonation treatment of recycled concrete aggregate: effect on transport properties and steel corrosion of recycled aggregate concrete, *Cement Concr. Compos.* 104 (2019) 103360.
- [47] C. Liang, H. Ma, Y. Pan, Z. Ma, Z. Duan, Z. He, Chloride permeability and the caused steel corrosion in the concrete with carbonated recycled aggregate, *Construct. Build. Mater.* 218 (2019) 506–518.
- [48] C. Liang, B. Pan, Z. Ma, Z. He, Z. Duan, Utilization of CO₂ curing to enhance the properties of recycled aggregate and prepared concrete: a review, *Cement Concr. Compos.* 105 (2020) 103446.
- [49] B. Lu, C. Shi, Z. Cao, M. Guo, J. Zheng, Effect of carbonated coarse recycled concrete aggregate on the properties and microstructure of recycled concrete, *J. Clean. Prod.* 233 (2019) 421–428.
- [50] H.L. Cheng, C.Y. Wang, The Influence of Sodium Silicate on the Properties of Recycled Aggregate, 2005.
- [51] Z. Zhao, S. Wang, L. Lu, C. Gong, Evaluation of pre-coated recycled aggregate for concrete and mortar, *Construct. Build. Mater.* 43 (2013) 191–196.
- [52] N.K. Bui, T. Satomi, H. Takahashi, Enhancement OF recycled aggregate concrete properties BY a new treatment method, *International Journal of Geomate* 14 (2018) 68–76.
- [53] J. Qiu, D.Q.S. Tng, E.-H. Yang, Surface treatment of recycled concrete aggregates through microbial carbonate precipitation, *Construct. Build. Mater.* 57 (2014) 144–150.
- [54] A.M. Grabiec, J. Klama, D. Zawal, D. Krupa, Modification of recycled concrete aggregate by calcium carbonate biodeposition, *Construct. Build. Mater.* 34 (2012) 145–150.
- [55] W. De Muynck, N. De Belie, W. Verstraete, Microbial carbonate precipitation in construction materials: a review, *Ecol. Eng.* 36 (2010) 118–136.
- [56] W. Zeng, Y. Zhao, C.S. Poon, Z. Feng, Z. Lu, S.P. Shah, Using microbial carbonate precipitation to improve the properties of recycled aggregate, *Construct. Build. Mater.* 228 (2019) 116743.
- [57] S.-C. Kou, C.-S. Poon, Properties of concrete prepared with PVA-impregnated recycled concrete aggregates, *Cement Concr. Compos.* 32 (2010) 649–654.
- [58] A. Abbas, G. Fathifazl, O.B. Isgor, A.G. Razaqpur, B. Fournier, S. Foo, Durability of recycled aggregate concrete designed with equivalent mortar volume method, *Cement Concr. Compos.* 31 (2009) 555–563.
- [59] N.K. Bui, T. Satomi, H. Takahashi, Improvement of mechanical properties of recycled aggregate concrete basing on a new combination method between recycled aggregate and natural aggregate, *Construct. Build. Mater.* 148 (2017) 376–385.
- [60] V.W.Y. Tam, C.M. Tam, Y. Wang, Optimization on proportion for recycled aggregate in concrete using two-stage mixing approach, *Construct. Build. Mater.* 21 (2007) 1928–1939.
- [61] D. Kong, T. Lei, J. Zheng, C. Ma, J. Jiang, J. Jiang, Effect and mechanism of surface-coating pozzalanic materials around aggregate on properties and ITZ microstructure of recycled aggregate concrete, *Construct. Build. Mater.* 24 (2010) 701–708.
- [62] G. Xu, W. Shen, B. Zhang, Y. Li, X. Ji, Y. Ye, Properties of recycled aggregate concrete prepared with scattering-filling coarse aggregate process, *Cement Concr. Compos.* 93 (2018) 19–29.
- [63] J. Li, H. Xiao, Y. Zhou, Influence of coating recycled aggregate surface with pozzolanic powder on properties of recycled aggregate concrete, *Construct. Build. Mater.* 23 (2009) 1287–1291.
- [64] European Committee for Standardization, European Standard. EN 1097-6. Tests for Mechanical and Physical Properties of Aggregates - Part 6: Determination of Particle Density and Water Absorption, 2014.
- [65] European Committee for Standardization, European Standard. EN 1097-2. Tests for Mechanical and Physical Properties of Aggregates - Part 2: Methods for the Determination of Resistance to Fragmentation, 2010.
- [66] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12350-2. Testing Fresh Concrete - Part 2: Slump Test, 2020.
- [67] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12390-3. Testing Hardened Concrete - Part 3: Compressive Strength of Test Specimens, 2020.
- [68] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12390-6. Testing Hardened Concrete - Part 6: Tensile Splitting Strength of Test Specimens, 2010.
- [69] Spanish Committee for Standardization, Spanish Standard. UNE 83988-2. Concrete Durability. Test Methods. Determination of the Electrical Resistivity. Part 2: Four Points or Wenner Method, 2014.
- [70] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12504-4. Testing Concrete - Part 4: Determination of Ultrasonic Pulse Velocity, 2006.
- [71] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12390-8. Testing Hardened Concrete - Part 8: Depth of Penetration of Water under Pressure, 2020.
- [72] Comisión Permanente del Hormigón, in: M. d. Fomento (Ed.), EHE-08 - Instrucción de Hormigón Estructural (Spanish Concrete Structural Code), Ministerio de Fomento, Madrid, Spain, 2008, p. 702.
- [73] C. Medina, W.Z. Zhu, T. Howind, M.I. Sanchez De Rojas, M. Frias, Influence of interfacial transition zone on engineering properties of the concrete manufactured with recycled ceramic aggregate, *J. Civ. Eng. Manag.* 21 (2015) 83–93.
- [74] J.Y. Wu, Y.S. Zhang, P.H. Zhu, J.C. Feng, K. Hu, Mechanical properties and ITZ microstructure of recycled aggregate concrete using carbonated recycled coarse aggregate, *J. Wuhan Univ. Technol.-Materials Sci. Ed.* 33 (2018) 648–653.
- [75] C. Medina, M. Frias, M.I. Sánchez de Rojas, C. Thomas, J.A. Polanco, Gas permeability in concrete containing recycled ceramic sanitary ware aggregate, *Construct. Build. Mater.* 37 (2012) 597–605.
- [76] P.B. Cachim, Mechanical properties of brick aggregate concrete, *Construct. Build. Mater.* 23 (2009) 1292–1297.
- [77] C. Medina, M.I. Sánchez de Rojas, C. Thomas, J.A. Polanco, M. Frías, Durability of recycled concrete made with recycled ceramic sanitary ware aggregate, *Inter-*

- indicator relationships, *Construction and Building Materials* 105 (2016) 480–486.
- [78] T.-C. Hou, V.K. Nguyen, Y.-M. Su, Y.-R. Chen, P.-J. Chen, Effects of coarse aggregates on the electrical resistivity of Portland cement concrete, *Construct. Build. Mater.* 133 (2017) 397–408.
- [79] B. Cantero, I.F. Sáez del Bosque, A. Matías, M.I. Sánchez de Rojas, C. Medina, Water transport mechanisms in concretes bearing mixed recycled aggregates, *Cement Concr. Compos.* 107 (2020) 103486.
- [80] G. Andreu, E. Miran, Experimental analysis of properties of high performance recycled aggregate concrete, *Construct. Build. Mater.* 52 (2014) 227–235.
- [81] R. Kurda, J. de Brito, J.D. Silvestre, Water absorption and electrical resistivity of concrete with recycled concrete aggregates and fly ash, *Cement Concr. Compos.* 95 (2019) 169–182.
- [82] M. Adamson, A. Razmjoo, A. Poursae, Durability of concrete incorporating crushed brick as coarse aggregate, *Construct. Build. Mater.* 94 (2015) 426–432.
- [83] S.-C. Kou, C.-S. Poon, H.-W. Wan, Properties of concrete prepared with low-grade recycled aggregates, *Construct. Build. Mater.* 36 (2012) 881–889.
- [84] S.-c. Kou, C.-s. Poon, Effect of the quality of parent concrete on the properties of high performance recycled aggregate concrete, *Construct. Build. Mater.* 77 (2015) 501–508.
- [85] D. Soares, J. de Brito, J. Ferreira, J. Pacheco, Use of coarse recycled aggregates from precast concrete rejects: mechanical and durability performance, *Construct. Build. Mater.* 71 (2014) 263–272.
- [86] F. Saint-Pierre, A. Philibert, B. Giroux, P. Rivard, Concrete quality designation based on ultrasonic pulse velocity, *Construct. Build. Mater.* 125 (2016) 1022–1027.
- [87] C. Medina, M.I. Sánchez de Rojas, M. Frías, Properties of recycled ceramic aggregate concretes: water resistance, *Cement Concr. Compos.* 40 (2013) 21–29.
- [88] E.B. Bermejo, A. Moragues, J.C. Gálvez, M. Fernández Cánovas, Permeability and pore size distribution in medium strength self-compacting concrete, *Mater. Construcción* 60 (2010) 299–310.
- [89] W.M. Shaban, J. Yang, H. Su, K.H. Mo, L. Li, J. Xie, Quality improvement techniques for recycled concrete aggregate: a review, *J. Adv. Concr. Technol.* 17 (2019) 151–167.
- [90] W.F. Santos, M. Quattrone, V.M. John, S.C. Angulo, Roughness, wettability and water absorption of water repellent treated recycled aggregates, *Construct. Build. Mater.* 146 (2017) 502–513.



Durability of concrete bearing polymer-treated mixed recycled aggregate

P. Velardo^{a,*}, I.F. Sáez del Bosque^a, M.I. Sánchez de Rojas^{b,d}, N. De Belie^c, C. Medina^{a,d,*}

^a Department of Construction, School of Engineering, University of Extremadura, Institute for Sustainable Regional Development (INTERRA), 10003 Cáceres, Spain

^b Materials Recycling Department, Eduardo Torroja Institute for Construction Science, Spanish National Research Council (CSIC), 28033 Madrid, Spain

^c Magnel-Vandepitte Laboratory for Structural Engineering and Building Materials, Ghent University, Tech Lane Ghent Science Park Campus A Technologiepark Zwijnaarde 60, B-9052 Ghent, Belgium

^d SOSMAT, University of Extremadura, UEx-CSIC Partnering Unit, Spain

ABSTRACT

The construction industry's growing interest in the use of recycled aggregate in concrete manufacture is being fuelled by an ongoing demand for more sustainable materials. The main obstacle to implementing that principle is the lower quality of recycled than natural aggregate and consequently of recycled than conventional concrete, especially with regard to durability. A number of techniques have been designed and developed of late to improve the properties of recycled aggregate. This is the first study to assess the effect of incorporating polymer pre-treated mixed recycled aggregate (MRA) on concrete durability. In this way, the properties of the concrete in terms of water transport parameters such as permeability to pressurised water, total water absorption, and capillary absorption; and of chloride penetration, air permeability, microstructure and porosity were studied. In the pre-treatment applied, the MRA was first soaked in a 20 % polymeric solution for 60 min and subsequently oven- or air-dried. The results showed similar concrete fresh state density and percentage of entrained air in the mixes studied; as well as no significant effect was found on compressive strength. However, greater durability in air- than oven-dried pre-treated MRA-bearing concrete was obtained, attested to by the 64 % lower water permeability, 17 % lower sorptivity, 58 % lower oxygen permeability, 28 % lower chloride penetration and 11 % lower total porosity in the former than observed in a reference concrete prepared with untreated recycled aggregate.

1. Introduction

Intense building and civil construction in recent decades have driven massive natural resource mining and quarrying. The industry's growing demand for non-renewable materials contrasts with societal sensitivity to carbon footprints, climate change and environmental protection. The concrete industry requires vast quantities of natural aggregate, which comprises 60 vol% to 75 vol% of the content of that material [1]. Aggregate consumption for construction rose by 6.6 % in Spain in 2019, to a total of 136.5 Mt [2]. Quarrying aggregate for concrete manufacture entails the deployment of energy-intensive processes and equipment [3]. At the same time, waste stockpiled in authorised or unauthorised spoil pits takes up space and constitutes a permanent eyesore on the landscape.

The solutions to those two problems have been sought on the one hand by enhancing concrete durability to lengthen structures' service life and on the other by adhering to competitive circular economy principles that include the reuse and valorisation of construction and demolition waste (CDW) in the form, for instance, of recycled aggregate (RA). The replacement ratios allowed in standards regulating the use of RA are based on the lower quality of this than natural aggregate (NA). To

this effect, Spain's structural concrete code EHE-08 [4] recommends the use of coarse aggregate from crushed concrete for recycled concrete manufacturing up to 20 % by weight of the whole content of coarse aggregate in the mix design. RA performance is adversely affected by the bound mortar found in the original concrete, as well as the presence of masonry, wood, plastic and asphalt particles, among others. Such materials lower RA density and raise its water absorption, Los Angeles coefficient and porosity [1,5]. As the properties and content of such impurities also have an adverse impact on fresh [6] and hardened [7–11] concrete performance, they play a significant role in the decline in mechanical strength and durability in the resulting recycled concrete (RC). In this respect, the source of origin of the recycled aggregates is of particular importance. On the one hand, RA from CDW with higher concrete content generally present carbonated cement pastes which affect the properties of new concrete and the hydration of the new cement paste [12,13]. On the other hand, a higher ceramic content may result in lower density and higher water absorption for the manufactured concrete [14]; whilst the presence of asphalt, clay-based materials and floating particles can lower concrete compressive strength [15]. Narrower and more compact aggregate/paste interfaces can also be found with inorganic materials compared to organic constituents

* Corresponding authors.

E-mail addresses: paulavd@unex.es (P. Velardo), cmedinam@unex.es (C. Medina).

<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125781>

Received 21 August 2021; Received in revised form 16 November 2021; Accepted 18 November 2021

Available online 28 November 2021

0950-0618/© 2021 Elsevier Ltd. All rights reserved.

according to Medina et al. [15].

Some studies have nonetheless shown that replacing up to 25 % [16–19] or even 50 % [15,20,21] NA with RA does not significantly alter the mechanical strength of recycled concretes. And according to others [22–25], durability is affected more severely than strength in recycled concrete. Earlier investigations on recycled concrete made with recycled concrete aggregate (RCA), mixed recycled aggregate (MRA) or recycled masonry aggregate (RMA) [14] showed that rising replacement (of natural with recycled aggregate) ratios led to significant increases in sorptivity, capillary water absorption, and immersion-induced (total) water absorption (see Table 1). The mean variations in water transport properties recorded in concretes bearing 15 % to 30 %, 50 % or 100 % fine, coarse or fine + coarse RCA, MRA or RMA instead of NA, which ranged from 9.9 % to 128.2 %, are listed in Table 1. Other researchers, studying NA replacement with MRA [26,27] or RMA [28] at rates of 20 % to 100 %, observed a linear rise ($R^2 = 0.82$ to 0.96) in total water absorption with replacement percentage. Those rises were associated with the presence of bound mortar and microcracks [23,29] in the recycled aggregate; the higher water absorption coefficient and porosity in RA than in NA [30,31]; the effect of RA on microstructure (primarily the pore system) [27,30,32]; and the greater amount of water needed to offset the lower consistency of fresh recycled than fresh conventional concrete [33–35]. A number of studies have reported a decline in chloride resistance when NA is replaced with RA [36–38] (see Table 1). The data in Table 1 show that chloride penetration rose by 11 % with the replacement of 25 % fine, coarse or fine + coarse NA with RCA, MRA or RMA, by 18 % with 50 % replacement and by 25 % to 30 % with 100 % replacement. The effect of RA on chloride ion ingress depends on the quality and content of bound mortar, and consequently on the origin of the recycled aggregate and the crushing process [39–41]. It is also the result of the greater sorptivity and porosity of RA than NA [36]. Oxygen permeability also rises in RAC with rising replacement ratios at a given w/c ratio and age. Medina et al. [42] observed a 1.4 % rise when coarse NA was replaced by 20 % coarse RMA and a 2.5 % increase when the ratio was 25 %. In contrast, rises of up to 95.6 % have been reported for a coarse RCA content of up to 60 % [43], whilst permeability to air may double when all the coarse NA is replaced with coarse RCA [44] or when NA fines are replaced with RA fines at a rate of over 46 % [45]. Thomas et al. [46] contended that oxygen permeability affords a suitable indication of a material's porosity and durability.

In light of such data, the scientific community is focusing its efforts on developing techniques to enhance RA quality and recycled concrete durability to generate recycled concretes better able to compete with the conventional material [1,3]. Given the relationship between aggregate and concrete porosity, between porosity and permeability, and permeability and concrete durability [25], one of the most promising lines of

research addresses techniques or methods to lower recycled aggregate porosity. In that connection, the techniques designed to improve recycled aggregate performance may be divided into four categories [1,3,25,51,52]: i) change in recycled concrete design, mixing or laying; ii) RA production process control; iii) elimination of bound or adhered mortar; and iv) application of surface treatments. Such procedures aim to raise RA density and abrasion resistance while lowering its water absorption coefficient and porosity.

The authors who studied changing design processes proposed calculating the proportion of coarse aggregate required to manufacture concrete by the exclusion of the amount of mortar adhering to the RA, an approach known as equivalent mortar volume (EMV) [53]; or a new combination method between RA and NA, where only the large size of RA particles is replaced by NA in coarse aggregates [54]. Abbas et al. [53] were able to lower the apparent chloride diffusion coefficients in all the mixes studied using EMV to the same order of magnitude as observed in conventional structural concrete. In the mixing process modification, known as the double (DM) [55] or triple (TM) [56] mixing method, the mixing water is divided into two or three portions rather than the standard procedure deployed in normal mixing (NM). In the case of the DM, the use of half of the required water for mixing during the first stage leads to the formation of a thin layer of cement slurry on the surface of RA which permeates into the porous old cement mortar, filling up the old cracks and voids and developing a stronger interfacial zone (ITZ); while in the second stage of mixing, the rest of the water is added to complete the cement hydration process. Regarding the TM, the first dosage of water is added to obtain wet aggregates; during the second stage, the cement and admixture addition permits to get the aggregates surfaced-coated and finally the remaining water is added together with the superplasticizer. Xu et al. [57], in turn, varied new concrete casting methods by scatter-filling the coarse aggregate (SFCA), a technique in which specimens are prepared by pouring first a layer of fresh concrete followed by a layer of coarse aggregate and vibrating to obtain a more robust material. The authors reported chloride diffusion coefficients 44 % to 94 % lower in SFCA than in ordinary concrete. Kazmi et al. [58] designed a casting technique where the fresh recycled concrete containing treated recycled aggregate and chipped tire rubber (CR) was compressed in the molds until the volume reduction of the concrete specimen became equal to the volume of CR in the specimen with the purpose to compress the CR within the matrix. As a result, the compression technique densified the microstructure improving mechanical and durability performance of the green concretes.

In an attempt to control RA production, Andal et al. [59] established a protocol for preparing 'preserved quality' RCA by separating the original concretes by mechanical strength and minimising the amount of water used to unload the "returned to plant" concrete from the transit

Table 1
Increments in water transport and chloride penetration values induced by NA replacement ratio (R) with RA.

Property	Material	R (%)	Δ_{min} (%)	Δ_{mean} (%)	Δ_{max} (%)	Reference
Sorptivity	Coarse RCA/MRA/RMA	20–25	9.7	29.0	50.0	[16,30,47]
	Coarse RCA/MRA	50	23.1	64.3	85.7	[16,47,48]
	Coarse RCA/MRA	100	26.0	109.8	157.0	[16,24,47–49]
	Fine RMA	15–30	7.1	10.7	14.3	[47]
Capillary absorption	Coarse RCA/MRA	25	0.5	9.9	21.9	[27,33,34]
	Coarse RCA/MRA	50	10.3	24.9	32.4	[27,31,34]
	Coarse RCA/MRA	100	11.7	46.1	97.3	[23,27,31,33,34,39,50]
	Fine RCA/Fine + Coarse RCA	100	106.3	128.2	153.1	[23]
Total absorption	Coarse RCA/MRA/RMA	20–25	4.4	27.0	46.0	[16,20,27,30,33,34]
	Coarse RCA/MRA	50	10.2	26.0	90.3	[16,20,27,34]
	Coarse RCA/MRA	100	20.0	50.1	135.5	[16,23,27,33–35,39]
	Fine RCA/MRA/Fine + Coarse RCA	100	33.2	56.4	70.7	[23,34]
Chloride penetration	Coarse RCA/MRA	25	2.6	11.1	24.4	[16,34,35]
	Coarse RCA/MRA	50	5.8	17.9	26.8	[16,34,35]
	Coarse RCA/MRA	100	4.3	30.3	73.2	[16,23,34,35,49]
	Fine RCA/MRA/Fine + Coarse RCA	100	15.8	25.5	37.0	[23,34]

Note. - R: NA replacement by RA; Δ_{min} : minimum increment found; Δ_{mean} : mean increment; Δ_{max} : maximum increment found

mixer. They observed chloride penetration in the mixes with 30 % NA replacement by commercial RCA to be 12 % higher than in concretes made with the same proportions of ‘preserved quality’ RCA and 9 % higher in case of 100 % replacement. Vegas et al. [60] developed a sorting technology based on the use of automated near-infrared sensors to remove problem particles from the CDW and thereby upgrade the quality of the MRA generated. This advanced separation technology is doubly beneficial, for by eliminating impurities and sulfates it enhances aggregate quality and protects the environment; although it would still need to be perfected, for it appears to be unable to remove certain types of impurities, such as dark blue autoclaved aerated concrete (AAC).

The methods proposed for separating adhered mortar consist in grinding [24,61–64], thermal–mechanical beneficiation [61,62,65,66]; pre-soaking in water [67]; and acid treatment [58,61,63,68–71]. Dimitriou et al. [24], working with concretes made with ground 100 % RCA, observed porosity to be 14 %, sorptivity 13 % and rapid chloride permeability (RCP) 34 % lower than in concretes bearing untreated RCA. Pawluczuk et al. [62] reported declines in water absorption of 11 % to 21 % and capillarity of 5 % to 26 % in recycled aggregate concrete bearing 60 % thermal-mechanically treated RA compared to the same concretes made with untreated RA. The drawbacks of these methods for separating adhered mortar lie in the possible microstructural damage (microcracks) induced in the aggregate, ion pollution (in acid treatments using acids such as HCl), a higher fines content and the energy consumed in the process.

Surface treatments, in turn, include: carbonation [22,25,52,58,63,68,71–79]; soaking in sodium silicate solutions [80–82]; coating with cement paste or pozzolanic materials [67,74,80,83,84]; microbial carbonate precipitation [85–89]; and polymer coating [51,84,90–92]. In all the RA is coated with a waterproof layer to improve its physical and mechanical properties. Wang et al. [88], analysing the transport mechanisms and rise in concrete durability in concretes manufactured with 100 % coarse MRA coated with a calcium carbonate precipitate sourced from bacteria, reported a decline in sorptivity of up to 20 % relative to concrete prepared with the same aggregate prior to treatment. Similarly, gas and chloride permeability may be significantly lower in concrete bearing accelerated carbonation-treated RCA than in concrete with untreated RCA, according to Xuan et al. [25], given the power law relationship between permeability and porosity. Those authors observed chloride penetration to be 36 % and gas permeability 42 % lower in 56 d old RAC prepared with 100 % carbonated RCA than in the same material made with non-carbonated RCA. These latter two techniques nonetheless call for specialised (carbonation) facilities and trained staff familiar with microbial carbonate precipitation, which may constitute an obstacle to their industrial-scale implementation.

Coating aggregate surfaces with polymers has yielded similar findings for recycled concrete durability. Junak and Sicakova [92] observed sorptivity in 28 d old concretes bearing geopolymer slurry-coated RCA to be 8 % lower than in concretes with untreated RCA, and 3 % lower in 90 d, 50 % lower in 180 d and 51 % lower in 360 d old materials. Kou and Poon [91], in turn, showed that chloride penetration resistance rose by 32 % when the RCA replacing 100 % of the NA in recycled concrete was soaked in 10 % polyvinyl alcohol (PVA) for 24 h and oven-dried after the application of the coating, and by 35 % when it was air-dried. Likewise analysed in RC bearing recycled fines (FRA for ‘fine recycled aggregate’) by Ho et al. [84], the PVA-coating of the FRA was found to increase water retention on the FRA surfaces and lower its water absorption below the levels recorded for fly ash-coated FRA. Surface treatments consisting in polymer soaking require no advanced technology, sophisticated facilities or highly qualified personnel, all of which favour their industrial-scale use [51]. Nonetheless, the scientific-technical understanding of both the application of this procedure to MRA and its effect on recycled concrete durability is fraught with substantial gaps, for to date only one study, authored by Velardo et al. [51], has been published in the international literature on the assessment of

the mechanical behaviour of new concretes bearing treated MRA and the cost of such treatments.

The present study is a first-time attempt to assess the effect of soaking mixed recycled aggregate (MRA) in polymers on water transport (permeability to pressurised water, total and capillary absorption), chloride penetration and air permeability in the concretes prepared with those materials. The effect of these treatments on concrete microstructure was also analysed with mercury intrusion porosimetry (MIP) and scanning electron microscopy (SEM/EDX).

2. Materials and methods

2.1. Materials

The siliceous ($\text{SiO}_2 > 60\%$) natural aggregate used, crushed gray-wacke, consisted primarily in crystalline quartz, feldspars and phyllosilicates. This aggregate comprised medium natural aggregate (NCA) (6/12 mm) and natural sand (0/6 mm) (Table 2).

The mixed recycled aggregate used in this study was supplied by ARAPLASA, a construction and demolition waste management plant located at Cáceres, in the eponymous Spanish province. The MRA components included concrete and unbound aggregate (~88 wt%), masonry materials (~10 wt%) and minor percentages of bituminous matter, floating particles and similar [51]. CaO (13 wt%) and smaller fractions of other oxides (<4 wt%) were found in conjunction with the majority compounds, SiO_2 , Al_2O_3 and Fe_2O_3 (>65 wt%). The main mineralogical fractions were quartz, potassium feldspar and plagioclase, hematite and calcite. This aggregate featured a continuous, 12/22 mm particle size distribution (Table 2) along with less than the 1.5 % fines (<0.063 mm) the limit stipulated for crushed aggregate in Spain’s structural concrete code EHE-08 [4].

The statistical model analysed in the previous study [51] confirmed the two optimal treatment conditions (varying polymer concentration in the solution, soaking time and drying method) that induced the greatest reduction in the MRA water absorption and Los Angeles coefficients. Therefore, treatment in this study consisted in soaking the aggregate for 60 min in a 20 % (vol/vol) polymer + distilled water solution at laboratory temperature (20 °C) and relative humidity (60 %), subsequent oven (O)-drying at 60 °C for 24 ± 1 h; or air (A)-drying, first in the laboratory environment (20 °C; RH = 60 %) for 24 ± 1 h, followed by oven drying at 60 °C for 24 ± 1 h [51]. The milky white acrylic resin polymer emulsion used, supplied by Fuch Lubricantes, S.A.U. (Castellbisbal, Barcelona), exhibited a pH of 7.5 to 8.5 and a specific gravity

Table 2
Particle size distribution of the aggregates used in recycled concretes.

Mesh size (mm)	Percentage retained (cumulative)		
	Natural sand	NCA	MRA
25			0.10
20			13.18
16			37.59
14			50.44
12.5			62.61
10		3.42	91.07
8		35.68	98.64
6.3	0.05	77.07	99.25
5	6.50	97.31	99.40
4	13.15	98.12	99.48
2	37.54		
1.25	49.50		
0.63	64.33		
0.4	71.21		
0.32	75.39		
0.16	83.25		
0.063	88.41		

Note. - NCA: medium natural aggregate (6/12 mm); MRA: mixed recycled aggregate (12/22 mm gravel)

of 1050 kg/m³. The procedure was repeated as required to generate a sufficient amount of each aggregate to prepare the concretes. The two lots of treated material were labelled MRA-O or MRA-A, as appropriate.

The physical and mechanical properties of the natural and recycled treated or untreated aggregates are given in Table 3, along the EHE-08 requirements and EN 12,620 (European Committee for Standardization 2009) category. The binder used to prepare the concretes was a CEM I 42.5 R cement supplied by the Lafarge cement plant in the Spanish province of Toledo, added with a Bryten NF polycarboxylate superplasticiser furnished by Fuch Lubricantes, S.A.U at Castellbisbal, Barcelona.

2.2. Concrete design

Three concrete mixes were studied: i) reference recycled concrete, where all the natural gravel was replaced with untreated MRA (RC-100); ii) recycled concrete likewise replacing 100 % of the natural gravel after soaking for 60 min in a 20 % polymer solution and oven- (RC-100_O) or air- (RC-100_A) drying. The mix design (Table 4) was based on the British method for a 28 d concrete characteristic strength of $f_{ck} = 30$ MPa in 150 mm \varnothing x 300 mm cylindrical specimens with an effective w/c ratio of 0.45 and slump of 6 cm to 9 cm. The binders were mixed with dry aggregate. The amount of mixing water was adjusted based on the water absorption kinetics prevailing in each family of treated aggregates to obtain the same effective w/c ratio and with it a similar consistency in all the mixes.

2.3. Concrete characterisation

The stages in the concrete specimen mixing, curing and characterisation deployed in this study are summarised in Fig. 1. In the first, concrete manufacturing stage, fresh state consistency was assessed as recommended in European standard EN 12350-2 (European Committee for Standardization 2020a); fresh state density as set out in EN 12350-6 [93]; and percentage of entrained air in the mixes as laid down in EN 12350-7 [94]. In the second stage, the specimens were moulded and cured as specified in standard EN 12390-2 [95]. The third stage entailed determining 28 d compressive strength as stipulated in standard EN 12390-3 [96] and assessing new concrete durability (water transport, air- and water-permeability and chloride penetration) and microstructural (porosity and shape) properties.

The water transport parameters assessed included: i) 28 d water absorption in cylindrical (100 mm \varnothing x 200 mm) specimens as per Spanish standard UNE 83,980 [97]; ii) 28 d capillary water absorption

Table 3
Physical and mechanical properties of the aggregates used.

Aggregate	ρ_a (kg/dm ³)	WA ₂₄ (%)	FI (%)	LA (%)
Natural sand	2.82	1.18	-	-
Natural medium gravel (NCa)	2.78	0.88	21	16.0
Untreated MRA	2.55	5.49	10	30.2
MRA-O	2.58	4.10	10	20.8
MRA-A	2.56	4.48	10	22.8
EHE-08-allowed range	-	≤ 5.0	< 35	≤ 40.0
EN 12,620 category	Untreated MRA	-	-	Fl ₁₅ LA ₃₅
	MRA-O	-	-	Fl ₁₅ LA ₂₅
	MRA-A	-	-	Fl ₁₅ LA ₂₅

Note. – WA₂₄: 24 h water absorption coefficient; FI: flakiness index; LA: Los Angeles coefficient

Treatment applied soaking for 60' in 20 vol% polymer at T = 20 °C and RH = 60 %, followed by:

- oven drying (T = 60 °C, 24 \pm 1 h), **MRA-O**

air drying in laboratory environment (T = 20 °C; HR = 60%, 24 \pm 1 h) and subsequent

oven drying (T = 60 °C 24 \pm 1 h), **MRA-A**

Table 4
Concrete mix design.

Component (kg/m ³)	Concrete mix		
	RC-100	RC- 100_O	RC- 100_A
Natural sand	689.96	691.89	689.96
Natural medium gravel (NCa)	360.79	361.80	360.79
Natural coarse gravel (NG)	-	-	-
Untreated recycled gravel	701.05	-	-
Treated recycled gravel	-	702.89	695.19
Cement	400.00	400.00	400.00
Water	224.24	213.47	219.10
Superplasticiser	6.20	6.20	6.20

in pre-conditioned (UNE 83,966 [98] cylindrical (150 mm \varnothing x 50 mm) specimens further to UNE 83,982 [99]; and iii) water permeability coefficient calculated from the maximum penetration of pressurised water as stipulated in standard EN 12390-8 [100]. Concrete 28 d chloride penetration resistance, in turn, was found as described in standard ASTM C1202-97 [101] on 100 mm \varnothing x 50 mm slices cut out of the middle section of 100 mm \varnothing x 200 mm cylindrical specimens. Oxygen permeability was determined further to UNE 83,981 [102] on 150 mm \varnothing x 50 mm slices taken from the mid-section of 150 mm \varnothing x 300 mm cylindrical specimens, subsequently pre-conditioned as recommended in standard UNE 83,966 [98].

Porosity was analysed with a Micromeritics Autopore IV 9500 mercury intrusion porosimeter featuring a maximum pressure of 33 000 psi (227.5 MPa) and a pore diameter range of 0.002 μ m to 175 μ m in keeping with the procedure set out in standard ASTM D4404-18 [103]. The samples tested were cut with shears to prevent internal cracking and subsequently dried to a constant weight at 40 °C and vacuum-degassed for 30 min. Concrete morphology was studied under a JEOL (Akishima, Japan) JSM 5400 scanning electron microscope (SEM) fitted with a Bruker (Berlin, Germany) energy dispersive X-ray (EDX) analyser. The samples were secured to a metallic holder with a two-sided graphic adhesive after carbon coating the surface to ensure conductivity and detection of all the signals sought.

3. Results and discussion

3.1. Fresh state properties

3.1.1. Consistency

The mix consistency data given in Table 5 show that workability was constant in all the recycled concrete mixes, whether bearing untreated (RC-100) or treated (RC-100_O or RC-100_A) MRA, with 7 cm slumps observed in all as a result of the adjustments made to the mixing water to accommodate aggregate water absorption kinetics. That value lies within the soft consistency range (6 cm to 9 cm) set out in Spanish standard EHE-08 and conforms to the definition of S2 consistency stipulated in European standard EN 206 [104].

3.1.2. Density and entrained air

The fresh state density and percentage of entrained air in the mixes studied are given in Table 5. A number of authors have reported that fresh state density declines with rising RA content [11,35,39]. Silva et al. [6] observed a linear decline in density with rising replacement ratio, the primary explanation lying in the higher bound mortar, masonry, wood and gypsum particle content in the recycled than the natural aggregate, with the resulting greater porosity and lesser density in the former [105]. In this study, the fresh state density recorded for mix RC-100 (2346 kg/m³) was slightly above the upper end of the range (2123 kg/m³ to 2300 kg/m³) identified in mixes with 100 % MRA [106], RMA [107] or RCA [108]. Silva et al. [6] reported that this property did not appear to be affected by the procedure used to offset the higher rate of water absorption in RA than in NA.

The use of treated MRA did not raise fresh state density in the studied



Fig. 1. Concrete manufacture, curing and characterisation.

Table 5
Fresh state properties and mechanical strength of concretes used

Mix	Consistency (cm)	Fresh state density (kg/m ³)	Entrained air (%)	Compressive strength (MPa) [51]*
RC-100	7	2346	2.1	51.03 ± 0.91
RC-100_O	7	2349	2.3	50.47 ± 0.07
RC-100_A	7	2357	2.3	50.60 ± 0.14

Note. - * A conversion factor of 0.90 must be applied to the values shown (for a 15 cm3 specimen) to obtain mean compressive strength (f_{cm}) for a cylindrical specimen [4].

mixes, as at 3 kg/m³ to 11 kg/m³ the differences recorded with RC-100 were minor. Those findings show that the thickness of the film coating the particles (11.50 ± 4.3 μm in the oven-treated and 10.27 ± 2.68 μm in the air-treated material) [51] could not increase nor reduce this property within the concrete.

Most researchers noted that fresh state concrete behaviour may afford some indication of its hardened state performance [6]. The percentage of entrained air in fresh state concretes can be measured to estimate the hardened state porosity of their cement matrices, along with possible permeability and durability. According to the pattern observed in this property by several authors, the amount of entrained air rises with the percentage of RA present [32,59]. That notwithstanding, the discrepant findings in this regard rule out any general consensus, inasmuch as other studies identified a decline in entrained air (Sagoe-Crentsil, Brown and Taylor 2001); or even equivalence [109] or non-significant differences [6] with the reference concrete. The 2.1 % of entrained air found in RC-100 in this study (see Table 5) fell within the 1.3 % to 3.6 % range reported by other authors for recycled concretes bearing 100 % MRA [21], RMA [110] or RCA [111]. That content was also higher than the ~ 1 % found by Sheen et al. [112] and Katz et al. [32], characteristic of entrained air in NAC, due to the presence of bound mortar [111] and the rough, jagged texture of recycled aggregate that favours air entrapment [6].

The use of treated MRA raised the entrained air content by 9.5 % relative to the same mix with untreated aggregate, a finding possibly associated with slower water absorption during mixing. In a similar vein, Andal et al. [59] observed no decline in entrained air content in

some of the 29 mixes they studied, and even a 6.5 % rise in the ones bearing 50 % ‘preserved quality’ RCA relative to those with the same percentage of commercial RCA.

3.2. Compressive strength

The 28 d compressive strength values given in Table 5 show that strength was higher in all the mixes studied than the characteristic design (f_{ck} = 30 MPa) or mean (f_{cm} = 38 MPa) strength, irrespective of the aggregate used. The use of treated MRA had no significant effect, with only scant changes in concrete mechanical performance [51].

3.3. Durability

3.3.1. Water permeability coefficient

Fig. 2 graphs the maximum and mean penetration depths for the concretes tested, along with the respective limits laid down in EHE-08 and Eurocode 2. Treating the MRA used in concrete led to a 0.69-fold decline in maximum penetration in RC-100_O and a 0.60-fold drop in RC-100_A relative to RC-100. Mean penetration was also shallower, by 0.71 times in mix RC-100_O and 0.42 times in RC-100_A [51]. Nonetheless, all the concretes designed, irrespective of MRA type, proved to have a sufficiently water-impermeable structure to conform to the legislative requirements for concretes.

The water permeability coefficients, K_w, calculated from Equation (1) are listed in Table 6.

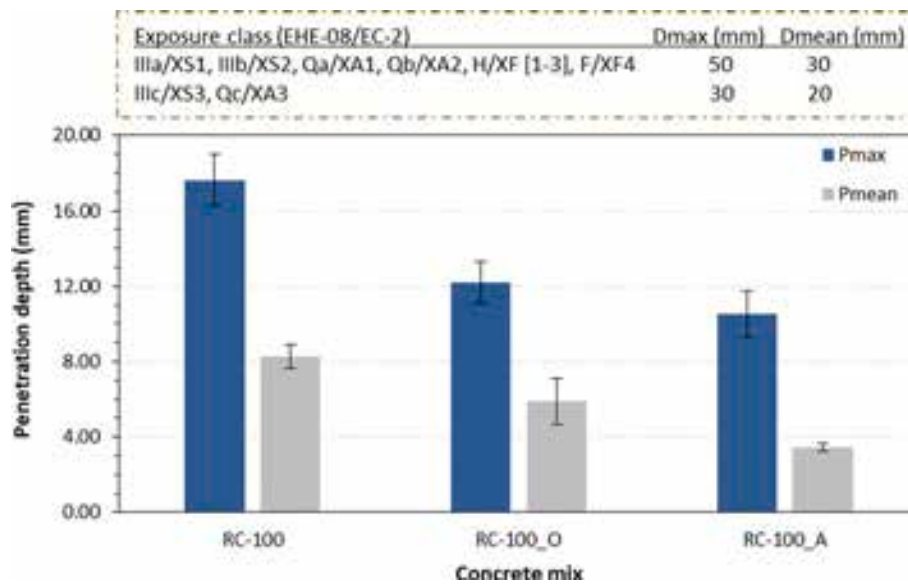


Fig. 2. Pressurised water penetration fronts in 28 d old concretes.

Table 6 Durability of the concretes studied

Mix	K_w (m/s)	W_i (%)
RC-100	$1.6 \cdot 10^{-10}$	6.39
RC-100_O	$7.4 \cdot 10^{-11}$	4.94
RC-100_A	$5.7 \cdot 10^{-11}$	6.15

Note. - K_w : water permeability coefficient; W_i : water absorption by immersion

$$K_w = \frac{d_p^2 \cdot \hat{A} \cdot \delta}{2 \hat{A} \cdot h \cdot \hat{A} \cdot t} \quad (1)$$

where: i) K_w is water permeability coefficient in m/s; ii) d_p , maximum penetration depth of water (m); iii) δ , effective porosity; iv) t , time needed to penetrate to d_p (s); and v) h , height of water column (m).

The RC-100_O K_w ($7.4 \cdot 10^{-11}$ m/s) was 54 % and the RC-100_A coefficient ($5.7 \cdot 10^{-11}$ m/s) 64 % lower than the $1.6 \cdot 10^{-10}$ m/s observed in RC-100 and very close to the lower limit of $1 \cdot 10^{-12}$ m/s specified by the Comité Euro-International du Béton, CEB-FIP [113] for quality concretes; and to the $1.5 \cdot 10^{-11}$ m/s reported by Kumar, Mehta and Monteiro [114] for moderate strength concretes (maximum aggregate size, 38 mm, 356 kg/m³ cement and w/c = 0.5). Similarly, the value recorded for these concretes was well within the range ($1.2 \cdot 10^{-11}$ to $2.0 \cdot 10^{-9}$ m/s) found in earlier studies for concretes made with natural aggregate [115].

3.3.2. Water absorption

As concrete quality, according to CEB-FIP [113], can be estimated on the grounds of total water absorption, this property may be used as an indicator of RAC durability. The total water absorption coefficient found here for RC-100, 6.39 % (Table 6), was higher than the upper limit of the 3.1 % to 6.0 % range normally reported for 28 d NAC [25–27,30,88]. The factors contributing to such greater absorption in recycled concretes include: i) a higher water absorption coefficient in recycled aggregate than natural aggregate [26], 7.0 times in the MRA studied here (Table 3); and/or ii) greater cementitious matrix porosity and permeability due to the larger amount of mixing water to ensure a constant S2 slump class for all the mixes [34]. The value observed here for RC-100, in turn, was lower than reported by authors studying concretes containing: i) 100% coarse RCA (7.2 % [32]; 14.6 % to 16.3 % [23]; or 18.0 % [39]); and ii) 100 % coarse MRA (16.5 % to 42.9 % [35]; or 18.4 % to 19.7 % [34]).

The use of treated MRA proved to be beneficial, with total water absorption 23 % lower in RC-100_O and 4 % lower in RC-100_A than in

RC-100. That behaviour would be associated with the effect of the treatment on the water absorption coefficient for MRA and the formation of an impermeable film around the polymer-coated aggregate, which reduced macropore connectivity and acted as a barrier [51]. Xuan et al. [25] observed a 14 % decline in absorption using carbonation as a technique to improve RCA properties, whilst Wang et al. [88] recorded a 20 % reduction after applying the microbial carbonate precipitation technique. Such decreases were slightly less than obtained here for polymer-coated, oven-dried specimens, a technique consequently deemed to effectively enhance this durability indicator. Further to the present findings and Bravo et al. [35], concretes with maximum 10 % water absorption may be deemed quality concretes apt for a wide range of applications, including structural concrete.

3.3.3. Capillary absorption

The capillary absorption curves for all the mixes analysed, measured as weight gain per unit area and time, are plotted in Fig. 3. In all the concretes analysed, the curves are indicative of two sorptivity stages, a first, 6 h interval in which water absorption induces rapid weight gain, followed by a second (t = 6 h to 216 h) when the rate slackens. In the first (t ≤ 6 h), water penetrated in one direction only from outside the concrete inward by filling the capillary pores, whereas the second involved diffusion and dissolution of the air in the pores with ongoing water ingress.

The greater capillary absorption in recycled than ordinary concrete is related to the intrinsic properties of the pore system (particularly capillary connectivity) [31,116]; the presence of surface microcracks and bound mortar [47]; the greater water content to offset lower workability [33]; and the formation of a more porous structure in the paste, along with a less favourable interfacial transition zone characterised by greater permeability than in the reference mixes [16].

The capillary and sorptivity coefficients for the concretes studied are listed in Table 7. The capillary coefficients, K_c , were calculated from Equation (2).

$$K_c = \frac{\delta_a \cdot \hat{A} \cdot \varepsilon_e}{10 \hat{A} \cdot \sqrt{m}} \quad (2)$$

where:

- i) K_c is the capillary coefficient in mg/(mm²min^{0.5}); ii) $\varepsilon_e = \frac{Q_n - Q_0}{AA \cdot h \cdot \delta_a}$;
- iii) $m = \frac{t_n}{h^2}$; iv) δ_a , water density (g/cm³); v) ε_e , effective porosity; vi) m , water penetration resistance due to capillary absorption (min/cm²); vii)

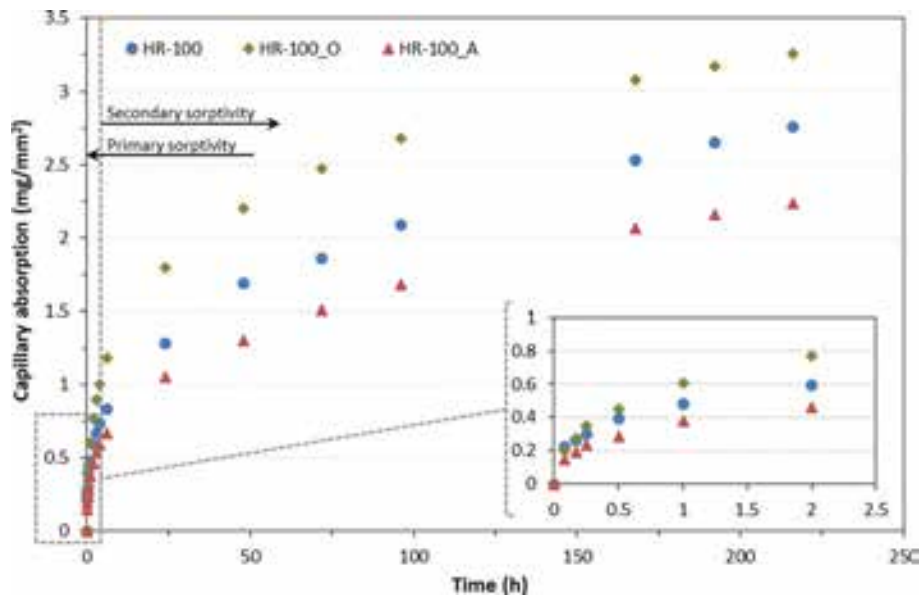


Fig. 3. Empirically determined capillary absorption curves.

Table 7
Capillarity and sorptivity coefficients vs the square and fourth roots of time in the mixes studied

Concrete mix	K_c (mg/(mm ² min ^{0.5}))	$S^{0.5}$ (mm/h ^{0.5})	R^2 ($S^{0.5}$)	$S^{0.25}$ (mm/h ^{0.25})	R^2 ($S^{0.25}$)
RC-100	0.000243	0.334	0.9884	0.584	0.9966
RC-100_O	0.000278	0.505	0.9897	0.882	0.9983
RC-100_A	0.000201	0.278	0.9869	0.487	0.9967

Note. - K_c : capillarity coefficient; S : sorptivity.

Q_n , specimen weight when saturation is reached (g); viii) Q_0 , specimen weight before testing (g); ix) A , specimen contact surface area (cm²); x) h , specimen height (cm); xi) t_n , time needed to saturation (min).

Sorptivity coefficients were found as the slopes of the regression curves associated to the empirically determined capillary absorption curves /square root of time ($t^{0.5}$) or fourth root of time ($t^{0.25}$) curves during the first two hours of testing.

The capillary coefficient for mix RC-100, at 0.000243 mg/(mm²min^{0.5}), was lower than the 0.027 mg/(mm²min^{0.5}) recorded by Zega and Di Maio [117] for concrete bearing RCA fines. The sorptivity values (S) found for all the mixes studied here (Table 7) lay within the range (0.062 mm/h^{0.5} to 0.713 mm/h^{0.5}) reported by other authors exploring concretes manufactured with NA [20,24,26,27,30,47,48,118]. In addition, they were lower than the values observed in earlier studies for concretes with NA replaced by: RMA at ratios of 20 % (0.774 mm/h^{0.5}) or 25 % (0.965 mm/h^{0.5}) [30]; 50 % MRA (0.790 mm/h^{0.5} to 0.810 mm/h^{0.5}) [20]; or 100 % RCA (0.899 mm/h^{0.5}) [24]; (and 0.906 mm/h^{0.5}) [48]. The sorptivity coefficients recorded for all the mixes were lower than the safety limits for durable concretes defined as 6 mm/h^{0.5} by Alexander et al. [119] and Ho et al. [120] and as 3 mm/h^{0.5} by Menéndez et al. [121].

The typical capillary water absorption curve in hardened concrete can be found by calculating the Fagerlund relationship between the amount of water absorbed and $t^{0.5}$. Villagrán Zaccardi et al. [122], however, introduced a theoretical model in which a single capillary absorption coefficient is linearly related to $t^{0.25}$, thereby eluding the need to deal with the absence of such linearity in the relationship in cementitious materials when calculated in terms of $t^{0.5}$. Although initially applied by Wagner et al. [123] in cracked cementitious materials, the approach is also valid for uncracked concretes. Its empirical

base draws from improved fitting relative to the $t^{0.5}$ relationship. Table 7 compares the sorptivity values found with the $t^{0.5}$ and $t^{0.25}$ approaches and respective regression coefficients for each mix after soaking for 2 h, with one side only in contact with the water. The $S^{0.5}$ (mm/h^{0.5}) sorptivity value found for RC-100 exhibited an R^2 of 0.9884; for RC-100_O, 0.9897; and for RC-100_A, 0.9869, compared to $S^{0.25}$ sorptivity (mm/h^{0.25}) R^2 values of 0.9966 (RC-100), 0.9983 (RC-100_O) and 0.9967 (RC-100_A). Those findings attest the higher R^2 for $S^{0.25}$ than for $S^{0.5}$ and the excellent linear fit under the former procedure.

Assessment of the treated MRA, in turn, showed that the mix bearing air-dried aggregate (RC-100_A) had 16.8 % lower sorptivity than the untreated RA one (RC-100), whereas no reduction in capillary absorption was observed in mix RC-100_O, prepared with oven-dried aggregate. The behaviour of this latter material would be closely related to the degree of connectivity in the capillary pores characteristic of these new concretes. At the same time, the decline in sorptivity recorded for mix RC-100_A was steeper than the 12.9 % reduction relative to concrete bearing untreated aggregate observed by Dimitriou et al. [24] in a study of the technique for eliminating bound mortar from RCA.

3.3.4. Oxygen permeability

The oxygen permeability coefficients, K_a , for the concretes studied as calculated from Equation (3) are listed in Fig. 4.

$$K_a = \frac{1.14 \times 10^{-4} \hat{A} \cdot Q \hat{A} \cdot p_a}{p^2 - p_a^2} \quad (3)$$

where:

i) K_a is the oxygen permeability coefficient (m²); ii) Q , oxygen flow across the specimen (m³/s); iii) p_a , atmospheric pressure (Pa); and iv) p , the test pressure (Pa).

Recent studies have shown that oxygen permeability rises with RA content (Table 1) [7,49]. Zaharieva et al. [44], in turn, reported that the replacement of coarse natural with coarse recycled aggregate may raise concrete air permeability two-fold.

Using treated MRA lowered oxygen permeability in mix RC-100_O by 4.2 % and by 57.9 % in RC-100_A. Those findings are consistent with the results of the pressurised water penetration and capillary absorption tests and confirm that this technique induces significant declines in recycled concrete permeability and porosity. Xuan et al. [25] observed similar performance in 56 d concretes bearing carbonation technique-improved RCA, where permeability was 37.5 % to 43.6 % lower than

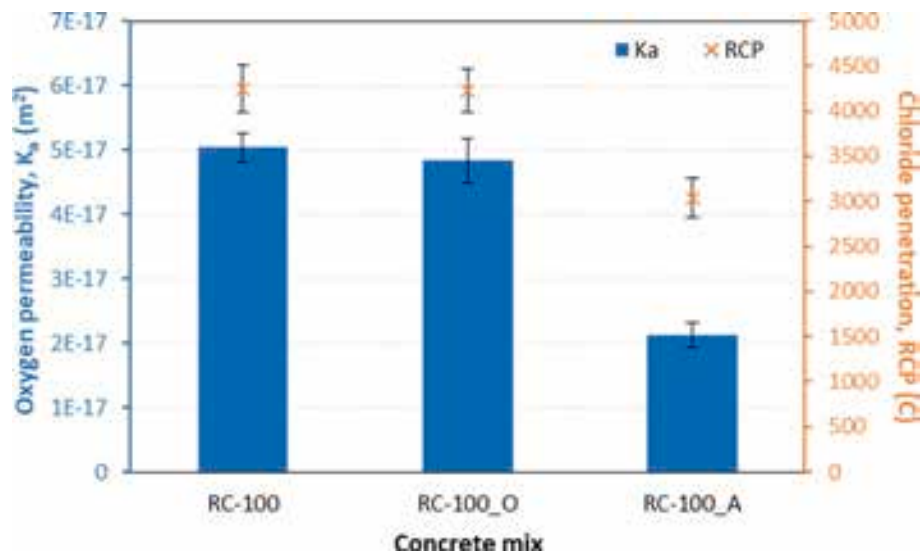


Fig. 4. 28 d oxygen permeability and chloride penetration resistance. The permeability coefficient for concrete RC-100, at $K_a = 5.04 \times 10^{-17} m^2$ according to Fig. 4, was aligned with the findings reported by Thomas et al. ($K_a = 2.000 \times 10^{-17} m^2$) [46] for recycled concretes of the same age prepared with the same w/c ratio, in which 100 % of the coarse NA was replaced by 6/20 mm RA.

in materials prepared with untreated RCA. In conclusion, the air permeability values observed for all the RACs studied, whether bearing treated or untreated MRA, were very near the range suggested in a publication by Zaharieva et al. [44] for standard concrete not exposed to aggressive environments: $K_a = 10^{-18}$ – $10^{-17} m^2$.

3.3.5. Resistance to chloride penetration

The results of the rapid chloride permeability (RCP) test for the concretes studied (Fig. 4) indicate a value of 4246 C for the reference bearing untreated MRA. Verian et al. [3] reported that in concretes prepared with coarse RCA the total charge passed, measured as specified in standard ASTM C1202 [101], was > 4000 C, whereas the materials bearing NA exhibited a value of around 3200 C. Most researchers suggest that chloride penetration resistance declines with the use of RA [7,10], observing rises in chloride ion diffusion of up to 73 % at replacement ratios of 100 % (Table 1). The value recorded for mix RC-100 lies within the range of high permeability defined in standard ASTM C1202 [101], according to which: 1000 C to 2000 C denotes low, 2000 C to 4000 C medium and > 4000 C, high permeability. Other researchers also determined mixes bearing untreated RA to be highly permeable, observing values for 100 % coarse RCA concrete higher than recorded here: ~ 5000 C [91]; > 5000 C [25]; 5248 C [24]; 5432 C [48]; > 7000 C [79]; 7600 C [124].

Treating the MRA led to no significant decline in chloride penetration in mix RC-100_O, whereas in mix RC-100_A permeability, at 3039 C, was 28.4 % lower than the 4246 C found for the concrete with untreated MRA. Those findings attest, yet again, to the greater efficacy of the air-drying (A) than the oven-drying (O) procedure and are consistent with other durability parameters such as penetration of pressurised water, capillary absorption and oxygen permeability. Kou and Poon [91], using PVA-coated RCA, recorded total charge passed values slightly > 3000 C in oven- or air-dried concretes, whilst Dimitrou et al. [24], after eliminating the bound mortar from and air drying the recycled aggregate, reported values of just over 3400 C, compared in both cases to ~ 5000 C in mixes containing untreated RCA. The total charge passed readings observed here for RC-100_O and RC-100_A were lower than the > 4250 C reported by authors using carbonated RCA [25,79]. With the decline observed, mix RC-100_A exhibits moderate permeability and acceptable durability, whereas given the high permeability observed, mixes RC-100 and RC-100_O do not. Some authors recorded moderate permeability values in the mixes bearing

untreated recycled aggregate [16,38,125]; whilst others reported similar findings only for concretes containing treated RCA [24,91].

3.4. Microstructure

3.4.1. Pore system properties

The total porosity (macro- + capillary pore volume) in concrete RC-100_O was 3 % and in RC-100_A 11 % lower than in reference RC-100, according to the graph in Fig. 5, which also shows that the porosity values were contained within the standard range (10 % to 20 %) for conventional concretes [126] and similar to those recorded for other concretes bearing aggregate sourced from construction and demolition waste management plants (10 % to 23 %) [44,127–129].

The pore size distribution data, in turn, denoted pore system refinement and a decline in the volume of capillary and macropores in the recycled concrete, due primarily to the effect of polymer penetration in the pores of the recycled aggregates, along with partial or total microcrack sealing. The ultimate outcome was less porous concretes with a more compact pore system. Capillary pore (mesopore) volume declined by 16.9 % in RC-100_O and by 8.3 % in RC-100_A relative to RC-100, whilst macroporosity dipped relative to the reference by 0.8 % in RC-100_O and 17.3 % in RC-100_A. Those data are consistent with observations reported by Kazmi et al. [78], where the declines were 5 % in permeable pore volume in concretes bearing 100 % RCA soaked in lime water followed by carbonation and 10 % where the aggregate was soaked in acetic acid and subsequently ground; Xuan et al. [25] for 100 % carbonated coarse RCA concretes, in which total porosity dropped by 14 %; and Dimitriou et al. [24], who observed a 15 % decline of total porosity in concretes containing 100 % mechanically ground coarse RCA.

As discussed in the preceding sections, treating MRA had a beneficial effect on durability, with the findings attributable to the impact of the pore system on the indicators defining concrete permeability [42,130,131]. A number of particulars merit comment in this regard. Firstly, the lower water permeability coefficient is directly associated with lower total porosity in the new recycled concretes, for which the linear correlation coefficient is $R^2 = 0.86$. Secondly, the smaller water absorption in concretes with treated MRA is related to lower total porosity ($R^2 = 0.98$) and lower macropore volume ($R^2 = 0.99$). Thirdly, sorptivity would be more directly associated with pore system connectivity than with pore size distribution. Fourthly, the decline in chloride

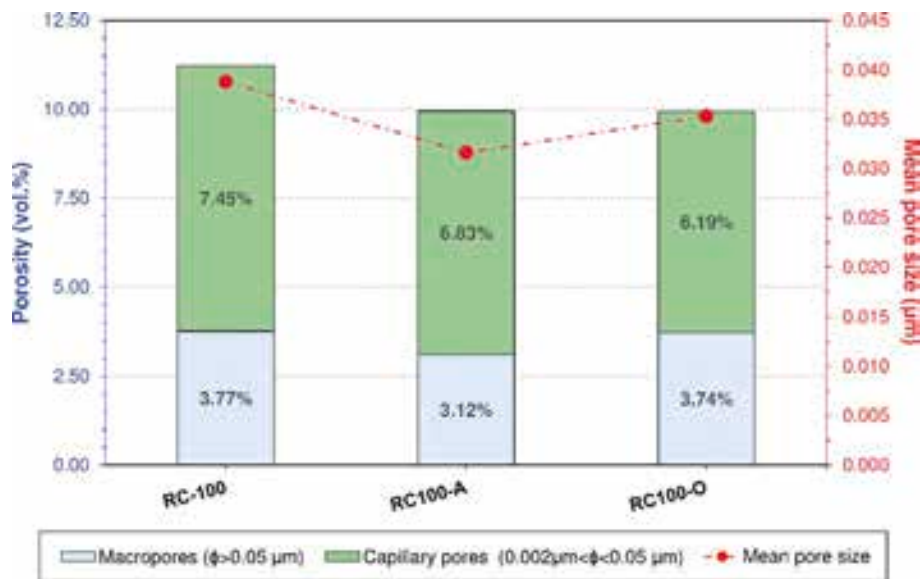


Fig. 5. Concrete total porosity and mean pore size.

penetration ($R^2 = 0.77$) and oxygen permeability ($R^2 = 0.86$) is associated with lower connectivity (smaller capillary pore volume).

3.4.2. Recycled concrete morphology and the ITZ

Micrographs showing recycled concrete (RC-100, RC-100_O and RC-100_A) microstructure and the respective ITZs between the treated and untreated mixed recycled aggregate and the paste (cementitious matrix)

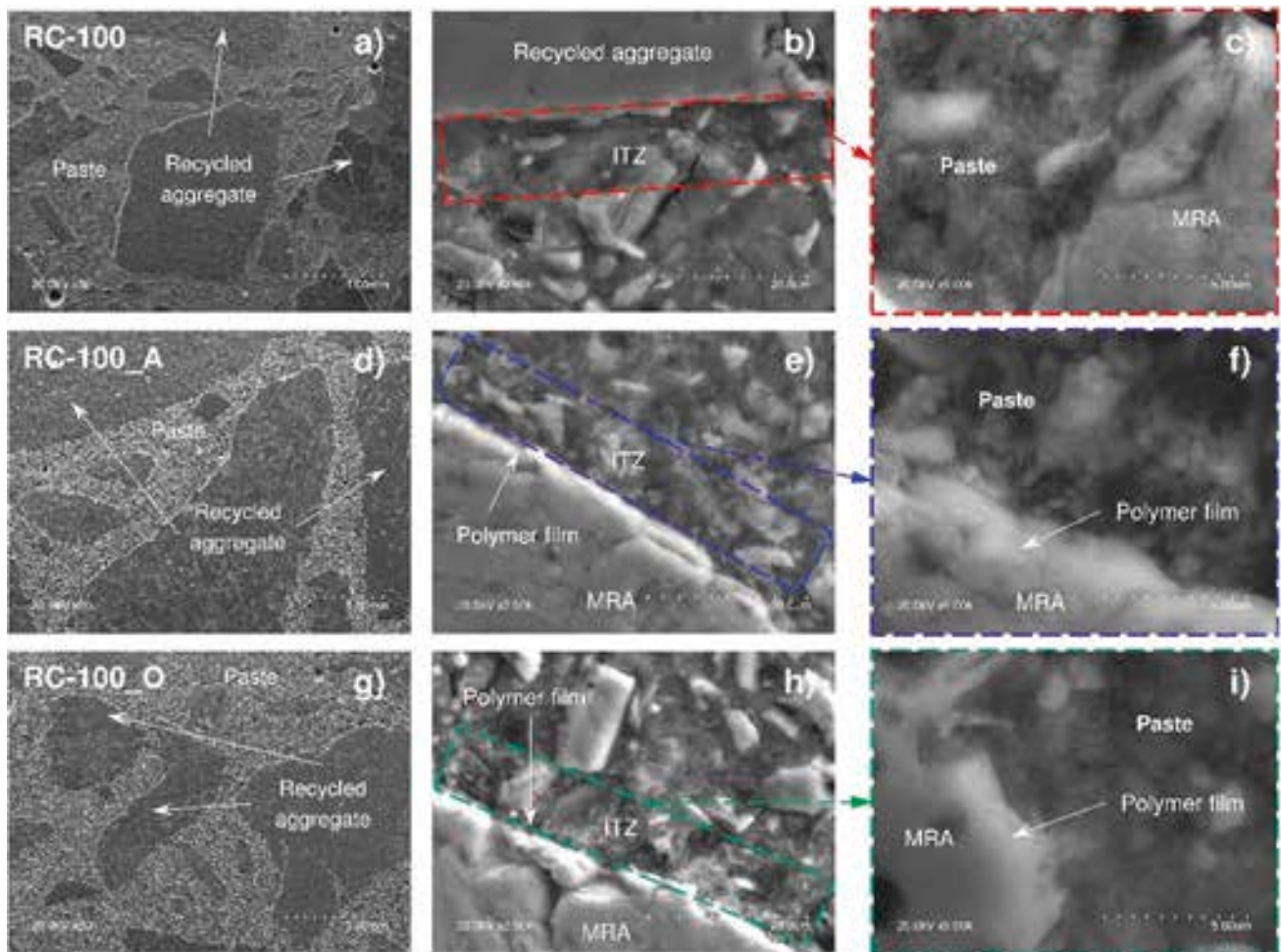


Fig. 6. Micrographs for: a), d) and g), recycled concretes (30x); b), e) and h), treated or untreated MRA/paste ITZs (2500x); and c), f) and i), ITZs (zoomed to 9000x).

are reproduced in Fig. 6.

The cementitious matrix (or paste) is depicted along with the MRA in Fig. 6a), 6d) and 6g). The micrographs show that including treated MRA in the mix, irrespective of the polymer coating procedure deployed, induced no change in matrix microstructure, with no increased honeycombing or rise in entrained air pores resulting from poor compaction or inappropriate dosing. According to Zajac et al. [12], carbonated cement pastes present in RA have an influence in achieving a denser microstructure of the resulting cement paste, a decrease of the porosity and a significant refinement of the pore system. Further to the images of the ITZs between the paste and the untreated MRA in Fig. 6b), between the paste and treated air-dried MRA in Fig. 6e) and the paste and oven-dried MRA in Fig. 6h), the polymer coating on the treated MRAs did not affect their inclusion in the cementitious matrix. The enlarged images of the ITZs reproduced in Fig. 6c), 6f) and 6i) attest to the absence of differences among them, along with the presence of a surface coating (polymer film) on the treated MRA that obstructs the connection between the pore structures of the paste and the recycled aggregate.

3.5. Treatment cost evaluation

The treatment investigated improves the impermeability of the manufactured concrete, reducing the transport of ions that induce steel corrosion and section loss. This is a simple and effective technique that does not require singular facilities or high qualified personnel. However, the use of polymer and industrial ovens for drying implies an additional cost compared to the use of NA or untreated MRA. The unit price for each concrete in Spain is €47.88/m³ (CC); €44.81/m³ (RC-100); €55.99/m³ (RC-100_O) and €56.37/m³ (RC-100_A) [51]. The 16.9–17.7 % additional cost compared to the use of NA, as well as the environmental impact of treatment including an increase in recycled aggregate embedded energy (MJ/kg) and CO₂ emissions (kgCO₂eq/kg) [132], can be offset by the beneficial effects of efficient MRA management and the non-quarrying of natural aggregate; whilst the 25.0–25.8 % additional cost compared to the use of untreated MRA can be offset by the improvement of the treated-MRA concrete quality. Additionally, a more economically competitive valorisation could be achieved in countries where the price of NA is significantly higher due to the scarcity of this resource or stricter laws apply.

4. Conclusions

The conclusions drawn from the findings of this study are listed below.

- The use of treated MRA had no effect on concrete fresh state density nor the percentage of entrained air.
- The use of treated MRA had no significant effect on compressive strength, for whilst the technique studied here improved durability, it induced essentially no change in mechanical behaviour.
- Replacing NA with MRA soaked in a 20 % polymer solution for 60 min and oven-dried (O) lowered maximum pressurised water penetration, $D_{p,max}$, 0.69-fold and mean penetration, $D_{p,mean}$, 0.71-fold, both relative to RC-100, while also reducing the water permeability coefficient, K_w , by 54 %, total water absorption, W_b , by 23 % and oxygen permeability by 4 %.
- Replacing NA with MRA soaked in a 20 % polymer solution for 60 min and air dried (A) lowered maximum pressurised water penetration, $D_{p,max}$, 0.60-fold and mean penetration, $D_{p,mean}$, 0.42-fold, both relative to RC-100, while also reducing the water permeability coefficient, K_w , by 64 %, total water absorption, W_b , by 4 %, sorptivity (S) by 17 %, oxygen permeability by 58 % and chloride penetration (RCP) by 28 %.
- Capillary absorption for each mix analysed, expressed as the mass gain per unit area, proved to be more closely and linearly related to the fourth than to the square root of time: $R^2 (S^{0.25}) > R^2 (S^{0.5})$.

- Concretes RC-100_O exhibited 3 % and RC-100_A 11 % lower total porosity (macro- plus capillary pore volume) than RC-100, attesting to pore system refinement in the recycled concretes.
- Treating the MRAs improved durability in the recycled concretes analysed, raising the values of the respective parameters to levels compliant with the criteria defining durable concretes.
- The use of polymer-treated MRA entailed 16.9 % (oven-dried) and 17.7 % (air-dried) additional cost compared to the use of natural aggregate, which can be offset by the non-quarrying of resources and the beneficial effect of efficient CDW management.

CRediT authorship contribution statement

P. Velardo: Conceptualization, Methodology, Validation, Forma analysis, Investigation, Writing & original draft, Writing & review & editing. **I.F. Sáez del Bosque:** Conceptualization, Methodology, Investigation, Writing & review & editing, Supervision. **M.I. Sánchez de Rojas:** Conceptualization, Supervision, Methodology, Project administration, Funding acquisition, Writing & review & editing. **N. De Belie:** Conceptualization, Formal analysis, Writing & review & editing, Supervision. **C. Medina:** Conceptualization, Supervision, Methodology, Project administration, Funding acquisition, Writing & review & editing.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgements

This study was conducted under grant PID2019-107238RB-C21 funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033, by ‘ERDF A way of making Europe’. Funding was also provided by ERDF under its INTERREG-POCTEP 0008 ECO2CIR_4_E project entitled ‘Project for cross-border cooperation to introduce the eco- and circular economy by reducing waste generation and enhancing waste recycling, management and valorisation in Central Spain, Extremadura and Alentejo’ and, in conjunction with the Junta de Extremadura’s Consejería de Economía, Ciencia y Agenda Digital, under grant GR 18122 awarded to the MATERIA research group. Author Paula Velardo benefitted from predoctoral grant FPU17/06093 funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033 and ‘ESF Investing in your future’.

References

- [1] C. Shi, Y. Li, J. Zhang, W. Li, L. Chong, Z. Xie, Performance enhancement of recycled concrete aggregate - A review, *J. Cleaner Prod.* 112 (2016) 466–472.
- [2] ANEFA, Asociación Nacional de Empresarios Fabricantes de Áridos, in: <https://www.aridos.org/el-sector-de-los-aridos-en-2019-y-perspectivas-2020/>, 2021, pp. (Access date: 28/01/2021).
- [3] K.P. Verian, W. Ashraf, Y. Cao, Properties of recycled concrete aggregate and their influence in new concrete production, *Resour. Conserv. Recycl.* 133 (2018) 30–49.
- [4] Comisión Permanente del Hormigón, EHE-08 - Instrucción de Hormigón Estructural (Spanish Concrete Structural Code), in: M.d. Fomento (Ed.), Ministerio de Fomento, Madrid, Spain, 2008, pp. 702.
- [5] I.F. Sáez del Bosque, W. Zhu, T. Howind, A. Matías, M.I. Sánchez de Rojas, C. Medina, Properties of interfacial transition zones (ITZs) in concrete containing recycled mixed aggregate, *Cem. Concr. Compos.* 81 (2017) 25–34.
- [6] R.V. Silva, J. de Brito, R.K. Dhir, Fresh-state performance of recycled aggregate concrete: A review, *Constr. Build. Mater.* 178 (2018) 19–31.
- [7] H. Guo, C. Shi, X. Guan, J. Zhu, Y. Ding, T.-C. Ling, H. Zhang, Y. Wang, Durability of recycled aggregate concrete - A review, *Cem. Concr. Compos.* 89 (2018) 251–259.
- [8] Lulu Basheer, Joerg Kropp, David J Cleland, Assessment of the durability of concrete from its permeation properties: A review, *Constr. Build. Mater.* 15 (2-3) (2001) 93–103.
- [9] P.S. Lovato, E. Possan, D.C.C.D. Molin, Á.B. Masuero, J.L.D. Ribeiro, Modeling of mechanical properties and durability of recycled aggregate concretes, *Constr. Build. Mater.* 26 (2012) 437–447.

- [10] Jianzhuang Xiao, Deng Lu, Jingwei Ying, Durability of Recycled Aggregate Concrete: An Overview, *J. Adv. Concr. Technol.* 11 (12) (2013) 347–359.
- [11] M. Bravo, J. de Brito, J. Pontes, L. Evangelista, Mechanical performance of concrete made with aggregates from construction and demolition waste recycling plants, *J. Cleaner Prod.* 99 (2015) 59–74.
- [12] M. Zajac, J. Skocek, P. Durdzinski, F. Bullerjahn, J. Skibsted, M., Ben Haha, Effect of carbonated cement paste on composite cement hydration and performance, *Cem. Concr. Res.* 134 (2020), 106090.
- [13] M. Zajac, J. Skibsted, J. Skocek, P. Durdzinski, F. Bullerjahn, M., Ben Haha, Phase assemblage and microstructure of cement paste subjected to enforced, wet carbonation, *Cem. Concr. Res.* 130 (2020), 105990.
- [14] F. Agrela, M. Sanchez de Juan, J. Ayuso, V.L. Galdes, J.R. Jimenez, Limiting properties in the characterisation of mixed recycled aggregates for use in the manufacture of concrete, *Constr. Build. Mater.* 25 (2011) 3950–3955.
- [15] C. Medina, W. Zhu, T. Howind, M. Frías, M.I.S. de Rojas, Effect of the constituents (asphalt, clay materials, floating particles and fines) of construction and demolition waste on the properties of recycled concretes, *Constr. Build. Mater.* 79 (2015) 22–33.
- [16] J. Thomas, N.N. Thackavil, P.M. Wilson, Strength and durability of concrete containing recycled concrete aggregates, *J. Build. Eng.* 19 (2018) 349–365.
- [17] F. Debieb, S. Kenai, The use of coarse and fine crushed bricks as aggregate in concrete, *Constr. Build. Mater.* 22 (2008) 886–893.
- [18] C. Medina Martínez, M. Rojas, M. Frías, Reuse of Sanitary Ceramic Wastes as Coarse Aggregate in eco-Efficient Concretes, *Cem. Concr. Compos.* 34 (2012) 48–54.
- [19] M. Etxeberria, E. Vázquez, A. Marí, M. Barra, Influence of amount of recycled coarse aggregates and production process on properties of recycled aggregate concrete, *Cem. Concr. Res.* 37 (2007) 735–742.
- [20] C. Medina, W. Zhu, T. Howind, M.I. Sanchez de Rojas, M. Frías, Influence of mixed recycled aggregate on the physical - mechanical properties of recycled concrete, *J. Cleaner Prod.* 68 (2014) 216–225.
- [21] B. Cantero, I.F. Sáez del Bosque, A. Matías, C. Medina, Statistically significant effects of mixed recycled aggregate on the physical-mechanical properties of structural concretes, *Constr. Build. Mater.* 185 (2018) 93–101.
- [22] B.J. Zhan, D.X. Xuan, W. Zeng, C.S. Poon, Carbonation treatment of recycled concrete aggregate: Effect on transport properties and steel corrosion of recycled aggregate concrete, *Cem. Concr. Compos.* 104 (2019), 103360.
- [23] D. Pedro, J. de Brito, L. Evangelista, Structural concrete with simultaneous incorporation of fine and coarse recycled concrete aggregates: Mechanical, durability and long-term properties, *Constr. Build. Mater.* 154 (2017) 294–309.
- [24] G. Dimitriou, P. Savva, M.F. Petrou, Enhancing mechanical and durability properties of recycled aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 158 (2018) 228–235.
- [25] D. Xuan, B. Zhan, C.S. Poon, Durability of recycled aggregate concrete prepared with carbonated recycled concrete aggregates, *Cem. Concr. Compos.* 84 (2017) 214–221.
- [26] C. Alexandridou, G.N. Angelopoulos, F.A. Coutelieri, Mechanical and durability performance of concrete produced with recycled aggregates from Greek construction and demolition waste plants, *J. Cleaner Prod.* 176 (2018) 745–757.
- [27] B. Cantero, I.F. Sáez del Bosque, A. Matías, M.I. Sánchez de Rojas, C. Medina, Water transport mechanisms in concretes bearing mixed recycled aggregates, *Cem. Concr. Compos.* 107 (2020), 103486.
- [28] Z. Keshavarz, D. Mostofinejad, Porcelain and red ceramic wastes used as replacements for coarse aggregate in concrete, *Constr. Build. Mater.* 195 (2019) 218–230.
- [29] K.K. Sagoe-Crentsil, T. Brown, A.H. Taylor, Performance of concrete made with commercially produced coarse recycled concrete aggregate, *Cem. Concr. Res.* 31 (2001) 707–712.
- [30] C. Medina, M.I. Sánchez de Rojas, M. Frías, Properties of recycled ceramic aggregate concretes: Water resistance, *Cem. Concr. Compos.* 40 (2013) 21–29.
- [31] S.C. Kou, C.S. Poon, Enhancing the durability properties of concrete prepared with coarse recycled aggregate, *Constr. Build. Mater.* 35 (2012) 69–76.
- [32] A. Katz, Properties of concrete made with recycled aggregate from partially hydrated old concrete, *Cem. Concr. Res.* 33 (2003) 703–711.
- [33] D. Soares, J. de Brito, J. Ferreira, J. Pacheco, Use of coarse recycled aggregates from precast concrete rejects: Mechanical and durability performance, *Constr. Build. Mater.* 71 (2014) 263–272.
- [34] M. Bravo, J. de Brito, L. Evangelista, J. Pacheco, Durability and shrinkage of concrete with CDW as recycled aggregates: Benefits from superplasticizer's incorporation and influence of CDW composition, *Constr. Build. Mater.* 168 (2018) 818–830.
- [35] M. Bravo, J. de Brito, J. Pontes, L. Evangelista, Durability performance of concrete with recycled aggregates from construction and demolition waste plants, *Constr. Build. Mater.* 77 (2015) 357–369.
- [36] Rui Neves, Ana Silva, J. de Brito, R.V. Silva, Statistical modelling of the resistance to chloride penetration in concrete with recycled aggregates, *Constr. Build. Mater.* 182 (2018) 550–560.
- [37] Nobuaki Otsuki, Shin-ichi Miyazato, Wanchai Yodsudjai, Influence of Recycled Aggregate on Interfacial Transition Zone, Strength, Chloride Penetration and Carbonation of Concrete, *J. Mater. Civ. Eng.* 15 (5) (2003) 443–451.
- [38] Gonzalez Andreu, Etxeberria Miren, Experimental analysis of properties of high performance recycled aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 52 (2014) 227–235.
- [39] J. de Brito, J. Ferreira, J. Pacheco, D. Soares, M. Guerreiro, Structural, material, mechanical and durability properties and behaviour of recycled aggregates concrete, *Journal of Building, Engineering* 6 (2016) 1–16.
- [40] Shi-cong Kou, Chi-sun Poon, Effect of the quality of parent concrete on the properties of high performance recycled aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 77 (2015) 501–508.
- [41] Z.H. Duan, C.S. Poon, Properties of recycled aggregate concrete made with recycled aggregates with different amounts of old adhered mortars, *Mater. Des.* 58 (2014) 19–29.
- [42] C. Medina, M. Frías, M.I. Sánchez de Rojas, C. Thomas, J.A. Polanco, Gas permeability in concrete containing recycled ceramic sanitary ware aggregate, *Constr. Build. Mater.* 37 (2012) 597–605.
- [43] X. Li, Recycling and reuse of waste concrete in China: Part I Material behaviour of recycled aggregate concrete, *Resour. Conser. Recycl.* 53 (2008) 36–44.
- [44] R. Zaharieva, F. Buyle-Bodin, F. Skoczylas, E. Wirquin, Assessment of the surface permeation properties of recycled aggregate concrete, *Cem. Concr. Compos.* 25 (2003) 223–232.
- [45] F. Debieb, L. Courard, S. Kenai, R. Degeimbre, Mechanical and durability properties of concrete using contaminated recycled aggregates, *Cem. Concr. Compos.* 32 (2010) 421–426.
- [46] C. Thomas, J. Setiñ, J.A. Polanco, P. Alaejos, M. Sánchez de Juan, Durability of recycled aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 40 (2013) 1054–1065.
- [47] A. Gonzalez-Corominas, M. Etxeberria, Properties of high performance concrete made with recycled fine ceramic and coarse mixed aggregates, *Constr. Build. Mater.* 68 (2014) 618–626.
- [48] A. Kanellopoulos, D. Nicolaidis, M.F. Petrou, Mechanical and durability properties of concretes containing recycled lime powder and recycled aggregates, *Constr. Build. Mater.* 53 (2014) 253–259.
- [49] F.T. Olorunsogo, N. Padayachee, Performance of recycled aggregate concrete monitored by durability indexes, *Cem. Concr. Res.* 32 (2002) 179–185.
- [50] Y.-G. Zhu, S.-C. Kou, C.-S. Poon, J.-G. Dai, Q.-Y. Li, Influence of silane-based water repellent on the durability properties of recycled aggregate concrete, *Cem. Concr. Compos.* 35 (2013) 32–38.
- [51] P. Velardo, I.F. Sáez del Bosque, A. Matías, M.I. Sánchez de Rojas, C. Medina, Properties of concretes bearing mixed recycled aggregate with polymer-modified surfaces, *J. Build. Eng.* 38 (2021), 102211.
- [52] D. Xuan, B. Zhan, C.S. Poon, Assessment of mechanical properties of concrete incorporating carbonated recycled concrete aggregates, *Cem. Concr. Compos.* 65 (2016) 67–74.
- [53] A. Abbas, G. Fathifazl, O.B. Isgor, A.G. Razaqpur, B. Fournier, S. Foo, Durability of recycled aggregate concrete designed with equivalent mortar volume method, *Cem. Concr. Compos.* 31 (2009) 555–563.
- [54] N.K. Bui, T. Satomi, H. Takahashi, Improvement of mechanical properties of recycled aggregate concrete basing on a new combination method between recycled aggregate and natural aggregate, *Constr. Build. Mater.* 148 (2017) 376–385.
- [55] V.W.Y. Tam, C.M. Tam, Y. Wang, Optimization on proportion for recycled aggregate in concrete using two-stage mixing approach, *Constr. Build. Mater.* 21 (2007) 1928–1939.
- [56] D. Kong, T. Lei, J. Zheng, C. Ma, J. Jiang, J. Jiang, Effect and mechanism of surface-coating pozzalanic materials around aggregate on properties and ITZ microstructure of recycled aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 24 (2010) 701–708.
- [57] G. Xu, W. Shen, B. Zhang, Y. Li, X. Ji, Y. Ye, Properties of recycled aggregate concrete prepared with scattering-filling coarse aggregate process, *Cem. Concr. Compos.* 93 (2018) 19–29.
- [58] S.M.S. Kazmi, M.J. Munir, Y.-F. Wu, Application of waste tire rubber and recycled aggregates in concrete products: A new compression casting approach, *Resour. Conserv. Recycl.* 167 (2021), 103533.
- [59] J. Andal, M. Shehata, P. Zacarias, Properties of concrete containing recycled concrete aggregate of preserved quality, *Constr. Build. Mater.* 125 (2016) 842–855.
- [60] I. Vegas, K. Broos, P. Nielsen, O. Lambertz, A. Lisbona, Upgrading the quality of mixed recycled aggregates from construction and demolition waste by using near-infrared sorting technology, *Constr. Build. Mater.* 75 (2015) 121–128.
- [61] K. Pandurangan, A. Dayanithy, S.O. Prakash, Influence of treatment methods on the bond strength of recycled aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 120 (2016) 212–221.
- [62] Edyta Pawluczuk, Katarzyna Kalinowska-Wichrowska, Michał Boltryk, José Jiménez, José Fernández, The influence of heat and mechanical treatment of concrete rubble on the properties of recycled aggregate concrete, *Materials* 12 (3) (2019) 367, <https://doi.org/10.3390/ma12030367>.
- [63] Syed Minhaj Saleem Kazmi, Muhammad Junaid Munir, Yu-Fei Wu, Indubhushan Patnaikuni, Yingwu Zhou, Feng Xing, Influence of different treatment methods on the mechanical behavior of recycled aggregate concrete: A comparative study, *Cem. Concr. Compos.* 104 (2019) 103398, <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.103398>.
- [64] D.G. Montgomery, R.K. Dhir, N.A. Henderson, M.C. Limbachiya, Workability and compressive strength properties of concrete containing recycled concrete aggregate, *Sustainable Construction: Use of Recycled Concrete Aggregate*. Proceeding of the International Symposium Held at Department of Trade and Industry Conference Centre London U.K, 1998.
- [65] A. Akbarnezhad, K.C.G. Ong, M.H. Zhang, C.T. Tam, T.W.J. Foo, Microwave-assisted beneficiation of recycled concrete aggregates, *Constr. Build. Mater.* 25 (2011) 3469–3479.
- [66] K. Bru, S. Touzé, F. Bourgeois, N. Lippiatt, Y. Ménard, Assessment of a microwave-assisted recycling process for the recovery of high-quality aggregates from concrete waste, *Int. J. Miner. Process.* 126 (2014) 90–98.

- [67] A. Katz, Treatments for the Improvement of Recycled Aggregate, *J. Mater. Civ. Eng.* 16 (2004) 597–603.
- [68] A. Radevic, I. Despotovic, D. Zakic, M. Oreskovic, D. Jevtic, Influence of acid treatment and carbonation on the properties of recycled concrete aggregate, *Chem. Ind. Chem. Eng. Quart.* 24 (2018) 23–30.
- [69] V.W.Y. Tam, C.M. Tam, K.N. Le, Removal of cement mortar remains from recycled aggregate using pre-soaking approaches, *Resour. Conserv. Recycl.* 50 (2007) 82–101.
- [70] F. Kazemian, H. Rooholamini, A. Hassani, Mechanical and fracture properties of concrete containing treated and untreated recycled concrete aggregates, *Constr. Build. Mater.* 209 (2019) 690–700.
- [71] S.M.S. Kazmi, M.J. Munir, Y.-F. Wu, I. Patnaikuni, Y. Zhou, F. Xing, Effect of different aggregate treatment techniques on the freeze-thaw and sulfate resistance of recycled aggregate concrete, *Cold Reg. Sci. Technol.* 178 (2020), 103126.
- [72] J. Zhang, C. Shi, Y. Li, X. Pan, C.-S. Poon, Z. Xie, Influence of carbonated recycled concrete aggregate on properties of cement mortar, *Constr. Build. Mater.* 98 (2015) 1–7.
- [73] Y. Li, S. Zhang, R.J. Wang, Y. Zhao, C.S. Men, Effects of carbonation treatment on the crushing characteristics of recycled coarse aggregates, *Constr. Build. Mater.* 201 (2019) 408–420.
- [74] J. Wang, J. Zhang, D. Cao, H. Dang, B. Ding, Comparison of recycled aggregate treatment methods on the performance for recycled concrete, *Constr. Build. Mater.* 234 (2020), 117366.
- [75] Chaofeng Liang, Bihao Pan, Zhiming Ma, Zhihai He, Zhenhua Duan, Utilization of CO₂ curing to enhance the properties of recycled aggregate and prepared concrete: A review, *Cem. Concr. Compos.* 105 (2020) 103446, <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.103446>.
- [76] B. Lu, C. Shi, Z. Cao, M. Guo, J. Zheng, Effect of carbonated coarse recycled concrete aggregate on the properties and microstructure of recycled concrete, *J. Cleaner Prod.* 233 (2019) 421–428.
- [77] C. Liang, H. Ma, Y. Pan, Z. Ma, Z. Duan, Z. He, Chloride permeability and the caused steel corrosion in the concrete with carbonated recycled aggregate, *Constr. Build. Mater.* 218 (2019) 506–518.
- [78] Syed Minhaj Saleem Kazmi, Muhammad Junaid Munir, Yu-Fei Wu, Indubhushan Patnaikuni, Yingwu Zhou, Feng Xing, Effect of recycled aggregate treatment techniques on the durability of concrete: A comparative evaluation, *Constr. Build. Mater.* 264 (2020) 120284, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120284>.
- [79] S.-C. Kou, B.-J. Zhan, C.-S. Poon, Use of a CO₂ curing step to improve the properties of concrete prepared with recycled aggregates, *Cem. Concr. Compos.* 45 (2014) 22–28.
- [80] N.K. Bui, T. Satomi, H. Takahashi, Enhancement of recycled aggregate concrete properties by a new treatment method, *International Journal of Geomate* 14 (2018) 68–76.
- [81] H.L. Cheng, C.Y. Wang, The influence of sodium silicate on the properties of recycled aggregate, 2005.
- [82] H. Katkhuda, N. Shatarat, Shear behavior of reinforced concrete beams using treated recycled concrete aggregate, *Constr. Build. Mater.* 125 (2016) 63–71.
- [83] Z. Zhao, S. Wang, L. Lu, C. Gong, Evaluation of pre-coated recycled aggregate for concrete and mortar, *Constr. Build. Mater.* 43 (2013) 191–196.
- [84] H.-L. Ho, R. Huang, W.-T. Lin, A. Cheng, Pore-structures and durability of concrete containing pre-coated fine recycled mixed aggregates using pozzolan and polyvinyl alcohol materials, *Constr. Build. Mater.* 160 (2018) 278–292.
- [85] J. Qiu, D.Q.S. Tng, E.-H. Yang, Surface treatment of recycled concrete aggregates through microbial carbonate precipitation, *Constr. Build. Mater.* 57 (2014) 144–150.
- [86] Anna M. Grabiec, Justyna Klama, Daniel Zawal, Daria Krupa, Modification of recycled concrete aggregate by calcium carbonate biodeposition, *Constr. Build. Mater.* 34 (2012) 145–150.
- [87] Willem De Muynck, Nele De Belie, Willy Verstraete, Microbial carbonate precipitation in construction materials: A review, *Ecol. Eng.* 36 (2) (2010) 118–136.
- [88] Jianyun Wang, Brecht Vandevyvere, Sam Vanhessche, Joris Schoon, Nico Boon, Nele De Belie, Microbial carbonate precipitation for the improvement of quality of recycled aggregates, *J. Cleaner Prod.* 156 (2017) 355–366.
- [89] Weilai Zeng, Yuxi Zhao, Chi Sun Poon, Zhangyao Feng, Zhenmei Lu, Surendra P. Shah, Using microbial carbonate precipitation to improve the properties of recycled aggregate, *Constr. Build. Mater.* 228 (2019) 116743, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116743>.
- [90] Valerie Spaeth, Assia Djerbi Tegguer, Improvement of recycled concrete aggregate properties by polymer treatments, *International Journal of Sustainable, Built Environment* 2 (2) (2013) 143–152.
- [91] S.-C. Kou, C.-S. Poon, Properties of concrete prepared with PVA-impregnated recycled concrete aggregates, *Cem. Concr. Compos.* 32 (2010) 649–654.
- [92] Jozef Junak, Alena Sicakova, Effect of Surface Modifications of Recycled Concrete Aggregate on Concrete Properties, *Buildings* 8 (1) (2018) 2, <https://doi.org/10.3390/buildings8010002>.
- [93] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12350-6. Testing fresh concrete - Part 6: Density, in, 2020.
- [94] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12350-7. Testing fresh concrete - Part 7: Air content - Pressure methods, in, 2020.
- [95] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12390-2. Testing hardened concrete - Part 2: Making and curing specimens for strength tests, in, 2020.
- [96] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12390-3. Testing hardened concrete - Part 3: Compressive strength of test specimens, in, 2020.
- [97] Spanish Committee for Standardization, Spanish Standard. UNE 83980. Concrete durability. Test methods. Determination of the water absorption, density and accessible porosity for water in concrete, in, 2014.
- [98] Spanish Committee for Standardization, Spanish Standard. UNE 83966. Concrete durability. Test methods. Conditioning of concrete test pieces for the purpose of gas permeability and capillary suction tests, in, 2008.
- [99] Spanish Committee for Standardization, Spanish Standard. UNE 83982. Concrete durability. Test methods. Determination of the capillary suction in hardened concrete. Fagerlund method., in, 2008.
- [100] European Committee for Standardization, European Standard. EN 12390-8. Testing hardened concrete - Part 8: Depth of penetration of water under pressure, in, 2020.
- [101] ASTM Standards, ASTM C1202 - 97. Standard Test Method for Electrical Indication of Concrete's Ability to Resist Chloride Ion Penetration, in: A. International (Ed.), West Conshohocken, PA, 1997.
- [102] Spanish Committee for Standardization, Spanish Standard. UNE 83981. Concrete durability. Test methods. Determination to gas permeability of hardened concrete, in, 2008.
- [103] ASTM Standards, ASTM D4404 - 18. Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil Rock by Mercury Intrusion Porosimetry, in: A. International (Ed.), 2018.
- [104] European Committee for Standardization, European Standard. EN 206. Concrete - Specification, performance, production and conformity, in, 2013.
- [105] B. Cantero, I.F.S. del Bosque, A. Matias, M.I.S. de Rojas, C. Medina, Inclusion of construction and demolition waste as a coarse aggregate and a cement addition in structural concrete design, *Archives of Civil and Mechanical*, Engineering 19 (2019) 1338–1352.
- [106] I. Martínez-Lage, F. Martínez-Abella, C. Vázquez-Herrero, J.L. Pérez-Ordóñez, Properties of plain concrete made with mixed recycled coarse aggregate, *Constr. Build. Mater.* 37 (2012) 171–176.
- [107] J. de Brito, A.S. Pereira, J.R. Correia, Mechanical behaviour of non-structural concrete made with recycled ceramic aggregates, *Cem. Concr. Compos.* 27 (2005) 429–433.
- [108] D. Matias, J. de Brito, A. Rosa, D. Pedro, Mechanical properties of concrete produced with recycled coarse aggregates - Influence of the use of superplasticizers, *Constr. Build. Mater.* 44 (2013) 101–109.
- [109] A. Gokce, S. Nagataki, T. Saeki, M. Hisada, Identification of frost-susceptible recycled concrete aggregates for durability of concrete, *Constr. Build. Mater.* 25 (2011) 2426–2431.
- [110] M.C.S. Nepomuceno, R.A.S. Isidoro, J.P.G. Catarino, Mechanical performance evaluation of concrete made with recycled ceramic coarse aggregates from industrial brick waste, *Constr. Build. Mater.* 165 (2018) 284–294.
- [111] S.B. Huda, M.S. Alam, Mechanical behavior of three generations of 100% repeated recycled coarse aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 65 (2014) 574–582.
- [112] Y.-N. Sheen, H.-Y. Wang, Y.-P. Juang, D.-H. Le, Assessment on the engineering properties of ready-mixed concrete using recycled aggregates, *Constr. Build. Mater.* 45 (2013) 298–305.
- [113] C. Comité Euro-International du Béton, Strategies for Testing and Assessment of Concrete Structures affected by Reinforcement Corrosion, Suiza, 1998.
- [114] P.D.P. Kumar Mehta, P.D.P.J.M. Monteiro, Proportioning Concrete Mixtures, in: M.-H. Education (Ed.) *Microstructure, Properties, and Materials*, 2014.
- [115] Syed Ishtiaq Ahmad, Mohammad Anwar Hossain, Water Permeability Characteristics of Normal Strength Concrete Made from Crushed Clay Bricks as Coarse Aggregate, *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2017 (2017) 1–9.
- [116] P. Belin, G. Habert, M. Thiery, N. Roussel, Cement paste content and water absorption of recycled concrete coarse aggregates, *Mater. Struct.* 47 (9) (2014) 1451–1465.
- [117] C.J. Zega, A.A. Di Maio, Use of recycled fine aggregate in concretes with durable requirements, *Waste Manage.* 31 (2011) 2336–2340.
- [118] A. Mardani-Aghabaglou, M. Tuyan, K. Ramyar, Mechanical and durability performance of concrete incorporating fine recycled concrete and glass aggregates, *Mater. Struct.* 48 (2015) 2629–2640.
- [119] M.G. Alexander, Y. Ballim, K. Stanish, A framework for use of durability indexes in performance-based design and specifications for reinforced concrete structures, *Mater. Struct.* 41 (2008) 921–936.
- [120] D.W.S. Ho, I. Hinczak, J.J. Conroy, R.K. Lewis, Influence of Slag Cement on the Water Sorptivity of Concrete, in: *Proc. Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolans in Concrete*, ACI Symposium Publication, 1986.
- [121] G. Menendez, V.L. Bonavetti, E.F. Irassar, Ternary blend cement concrete, Part II: Transport mechanisms, *Materiales De Construccion* 57 (2007) 31–43.
- [122] Yury A. Villagrán Zaccardi, Natalia M. Alderete, Nele De Belie, Improved model for capillary absorption in cementitious materials: Progress over the fourth root of time, *Cem. Concr. Res.* 100 (2017) 153–165.
- [123] C. Wagner, V. Slowik, G.P.A.G. Van Zijl, W.P. Boshoff, S.C. Paul, V. Mechtcherine, Transfer of fluids, gases and ions in and through cracked and uncracked composites crack patterns capillary absorption, in: *In: A Framework for Durability Design with Strain-Hardening Cement-Based Composites (SHCC)*, 2017, pp. 27–59.
- [124] S.-C. Kou, C.-S. Poon, H.-W. Wan, Properties of concrete prepared with low-grade recycled aggregates, *Constr. Build. Mater.* 36 (2012) 881–889.

- [125] P.H. Zhu, Y.L. Hao, H. Liu, D. Wei, S.F. Liu, L. Gu, Durability evaluation of three generations of 100% repeatedly recycled coarse aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 210 (2019) 442–450.
- [126] M.N. Soutsos, *Concrete Durability: A practical Guide to the Design of Durable Concrete Structures*, Thomas Telford Ltd, London, 2010.
- [127] J.M. Gomez, L. Agullo, E. Vazquez, Relationship between porosity and concrete properties with natural aggregate replacement by recycled concrete aggregate, *2001 Second International Conference on Engineering Materials, Vol I*, (2001) 147–156.
- [128] S.-C. Kou, C.-S. Poon, M. Etxeberria, Influence of recycled aggregates on long term mechanical properties and pore size distribution of concrete, *Cem. Concr. Compos.* 33 (2011) 286–291.
- [129] J.M.V. Gomez-Soberon, Porosity of recycled concrete with substitution of recycled concrete aggregate - An experimental study, *Cem. Concr. Res.* 32 (2002) 1301–1311.
- [130] Y.F. Houst, F.H. Wittmann, Influence of porosity and water-content on the diffusivity of CO₂ and O₂ through hydrated cement paste, *Cem. Concr. Res.* 24 (1994) 1165–1176.
- [131] L. Evangelista, J. de Brito, Durability performance of concrete made with fine recycled concrete aggregates, *Cem. Concr. Compos.* 32 (2010) 9–14.
- [132] W.F. Santos, M. Quattrone, V.M. John, S.C. Angulo, Roughness, wettability and water absorption of water repellent treated recycled aggregates, *Constr. Build. Mater.* 146 (2017) 502–513.

Contents lists available at [ScienceDirect](https://www.sciencedirect.com)

Cement and Concrete Composites

journal homepage: www.elsevier.com/locate/cemconcomp

Design and evaluation of physical, mechanical and micro-structural properties of eco-friendly binary-blended mortars using biomass bottom ash or construction and demolition waste powder

P. Velardo^{a,**}, I.F. Sáez del Bosque^a, M.I. Sánchez de Rojas^{b,c}, N. De Belie^d, C. Medina^{a,c,*}

^a University of Extremadura, Polytechnic School of Cáceres, 10003, Spain

^b Spanish National Research Council (CSIC), Eduardo Torroja Institute for Construction Science, 28033, Spain

^c SOSMAT, University of Extremadura, UEx-CSIC Partnering Unit, Spain

^d MagneL-Vandepitte Laboratory for Structural Engineering and Building Materials, Ghent University, B-9052, Belgium

ARTICLE INFO

Keywords:

Sustainable development
Waste material
Recycled cement
Supplementary cementitious materials
Pozzolanic activity
Porosity

ABSTRACT

In recent decades, waste production from biomass-fuelled power plants, as well as from building and civil engineering works construction and demolition, has increased considerably. The possibility of recovering this waste type as supplementary cementitious material (SCM) in manufacturing cement is a strategic tool for achieving the objective of reducing CO₂ emissions by at least 55% ("Fit for 55" by 2030). In this research work, the feasibility of incorporating 5%, 10%, 15% and 20% biomass bottom ash (BBA) and mixed powder from construction and demolition waste (CDWm) in the design of new eco-friendly binary cements was evaluated. To achieve this, the chemical, physical and mineralogical characterisation of the wastes was carried out; as well as a physical, mechanical and micro-structural characterisation of the pastes and mortars manufactured. The results showed that the new cements with BBA or CDWm meet the regulatory requirements for initial setting time, soundness and resistance. The mortars made with BBA also developed greater compressive strength and presented lower porosity at a later age than the reference mortar and the mortars made with CDWm. Finally, the new binary cements made with 15% and 20% BBA meet the requirements set forth in EN 197-1 for CEM IV/A cements, making them suitable for use in construction.

1. Introduction

The consumption of goods and services, along with public works building and construction, is currently the engine of economic growth in developed as well as developing countries, enhancing inhabitants' quality of life. However, these activities are associated with a high energy cost, in addition to a notable increase in natural resource exploitation, greenhouse gas emissions (GHG) into the atmosphere and waste production. More specifically, regarding waste production, the volume of construction and demolition waste (CDW) and waste from biomass electricity production plants or biomass ash (BA) have become especially notable. Due to intensified pollution worldwide, adopting measures in terms of sustainability and respect for the environment is an essential practice. The strategies designed by the European Union (EU) to address these scenarios include Directive (EU) 2018/2001 on

promoting the use of energy from renewable sources [1], Directive (EU) 2018/851 on waste [2] and the European Green Deal strategy [3], based on the sustainable development goals (SDG) of the United Nations Action Plan of the 2030 Agenda and the Paris Agreement [4].

In this context, the cement industry contributes significantly to the environmental impact generated by construction activity. In 2019, 182.1 million tonnes of cement were produced in the European Union [5], each tonne requiring 60–130 kg of fuel oil or its equivalent, depending on the cement type and the process used, and about 110 kWh of electricity [6]. Regarding raw material extraction, limestone and clay are the main components of clinker, representing between 75–85% and 10–25%, respectively; and its consumption is estimated at 1.7 t raw material/1.0 t clinker [7]. The entire cement production process is also estimated to account for about 8% of anthropogenic CO₂ emissions, including CO₂ emissions from limestone calcination in kilns during the

* Corresponding author. University of Extremadura, Polytechnic School of Cáceres, Institute for Sustainable Regional Development (INTERRA), 10003, Spain.

** Corresponding author.

E-mail addresses: paulavd@unex.es (P. Velardo), cmedinam@unex.es (C. Medina).

<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2023.105252>

Received 4 April 2023; Received in revised form 4 August 2023; Accepted 14 August 2023

Available online 16 August 2023

0958-9465/© 2023 Elsevier Ltd. All rights reserved.

clinkerisation process [8]. Given these data, the cement industry has implemented a series of measures in recent decades that aim to reduce the environmental footprint of cement production [9–14]: i) use of alternative fuels; ii) use of alternative raw materials in manufacturing Portland-based cements; iii) search for new supplementary cementitious materials (SCMs) in formulating new cements. The mineral additions of natural or artificial origin traditionally used as SCMs for developing alternative low-carbon binders due to their hydraulic or pozzolanic nature, include granulated blast furnace slag, pozzolan, coal fly ash and silica fume, all of which are considered in the EN 197-1 standard [15]. Due to the current circular economy policies, the scientific community has focused its efforts in recent decades on evaluating the feasibility of incorporating by-products and wastes from other industrial processes as SCMs, inasmuch as they are usually deposited in landfills due to the lack of regulation from the legislative point of view. Some of the by-products resulting from industrial processes have as a common denominator that they present potential pozzolanic activity when they are subjected to some type of pre-conditioning (grinding, thermal activation), mainly due to their chemical and mineralogical composition. This means that they have great potential to be used as SCMs in the industrial process of manufacturing cement with a lower clinker content. However, these secondary products have a highly heterogeneous character depending on their origin, so knowledge of the process from which they are generated plays a fundamental role in their recovery. These products include [9,10,16–24]: i) ground glass waste [25–32]; ii) construction and demolition waste (CDW) bearing concrete waste and/or ceramic from brick, wall and floor tile waste [33–50]; iii) coal-mining waste [51]; iv) ornamental stone waste: dam sediment [52], marble [53], pumice [54], granite [55,56] and slate [10] quarry sludge; v) burnt oyster shell [57]; vi) ceramic waste [38,58–60]; vii) paper industry sludge [61]; viii) biomass combustion ash (BA) from herbaceous and agricultural waste: rice husk [62–70], sugar cane bagasse [62,67,71–81], wheat straws [62,65], oak straw [82], cotton stalk [65], palm oil fuel waste [66,83–86], olive stone from the olive oil industry [24,64,87–91], olive pomace [92], fruit tree trimming [92], corncob [93], barley husk [63], almond shell [94], hazelnut shell [95], processed tea waste [96], bamboo leaf [62,97,98], cocoa waste [99,100], coconut shell [101], greenhouse vegetable wastes [91]; ix) biomass combustion ash (BA) from municipal wood waste, wood processing residue, forestry residues and sawdust: poplar, cork oak, pine, olive, eucalyptus tree [7,56,68,82,88,100,102–137]; and x) other biomass combustion ash (BA) residues from animal and human wastes: sewage sludge ash [138–141], elephant grass ash [142], meat and bone meal [23].

The BA studied as SCM constitutes the waste of biomass burning as a source of renewable energy in biomass-fired power plants to obtain electricity and heat production. Since biomass for bio-energy continues to be the main source of renewable energy in the EU, with a share of almost 60%, it is expected that the amount of biomass ash generated as a result of the process will continue to increase in the coming years [143,144]. Recovering this waste type is therefore becoming increasingly important today. When biomass ash is used as SCM, its degree of reactivity, and therefore its binding capacity, depends on its chemical and mineralogical composition, crystallinity degree and specific surface area. These properties, in turn, depend on the nature of the biomass used in the industrial process (herbaceous or forestry, mainly), combustion technology (fixed bed or fluidised bed), burning temperature, incineration time and the place where the ashes are collected (filters, bag filters, grills or combustion boilers) [17,21,92,93,99,107]. Moreover, depending on the place where biomass ash is collected in furnaces or incinerators, it is classified as biomass fly ash (BFA) or biomass bottom ash (BBA). The BFA is generated during combustion, rising to the top of the chimneys on its way out, where it is retained by multi-cyclones, precipitators or electrostatic, ceramic or baghouse filters to prevent release into the atmosphere [7,92]. The BFA consists mainly of lightweight metal oxides [19]. The BBA represents the non-combustible part of the waste that remains in furnaces or incinerators after being generated on

the grate in the boiler's first combustion chamber. Impurities such as sand, stone, dirt and remains of organic matter content can be found in BBA due to the presence of traces of unburned biomass [7,18,99]. The BBA is also characterised as heavy particles that are arranged in the form of a slurry [19]. Sometimes these ashes have been used in forestry and agricultural soils for fertilising and road construction [11,107,119], although in most cases they end up being discarded. In general, the ash from any industrial process is characterised by being a dusty material that, when removed in an uncontrolled manner, can affect the contamination of adjacent waters and soils, as well as lead to public health problems [71].

Within this waste type, the research community has shown more interest on the recovery of BFA as SCM than on the recovery of BBA due to its intrinsic properties. Along this line, for instance, the research carried out by Rajamma et al. [105] can be underlined. They evaluated the effect of incorporating 10%, 20% and 30% BFA from the combustion of eucalyptus bark on fresh and hardened state properties of cement-based materials, observing that, despite the fact that water demand increased with the amount of BFA and setting time was delayed for ash-containing mortars, the hardened strength differences imposed by adding the ashes were not significant. In parallel, Ramos et al. [120] evaluated the strength performance of mortar containing 10% and 20% OPC substitution by wood waste ash, concluding that flexural and compressive strength were maintained at 7, 28 and 90 d; and that strength activity indexes obtained after 90 d of curing confirmed the occurrence of pozzolanic activity. Other studies that noted similar conclusions regarding moderate reductions obtained in the mechanical resistance of mortars made with BFA, compared to the reference mortar, were those developed by Maschio et al. [112], Rajamma et al. [107], Tosti et al. [100] and Berra et al. [123], with substitution rates of up to 5%, 20%, 20%, and 30%, respectively. Regarding the BBA, wood waste bottom ash has been tested as a filler in cement-based materials when non-pozzolanic due to crystallinity, demonstrating adequate behaviour in contributing to sustainable construction [124]. In the case of being used as SCM, Sáez del Bosque et al. [82] evaluated the effect of incorporating 20 wt% biomass-fired power plant bottom ash on the structure of the C–S–H gel formed during hydration in new blended cements, noting that the neat OPC pastes and the OPC-BBA blended ones exhibited similar degrees of hydration, and that the presence of pozzolanic activity in the OPC-BBA pastes was confirmed by their lower CH and higher C–S–H gel content. Medina et al. [7] found that mortars made with either 10% or 20% replacement by BBA from burning straw, rye, oats or corn, or pine, eucalyptus, fruit tree and non-woody biomass, exhibited a decline in mechanical strength as the replacement ratio rose, particularly at early ages; although a higher mechanical performance than OPC mortar was revealed after 365 d due to the pozzolanic activity of the additions with curing time. Medina et al. [135] also noted that new cements bearing 10% or 20% BBA meet the strength requirements set forth in the European standards for CEM II/A cements; and that the inclusion of the addition reduces mean pore size relative to OPC mortar, more intensely at the higher replacement ratio. Rosales et al. [90] determined that, although the BBA addition caused a worsening in the mechanical behaviour, minor reductions in compressive and flexural strength were obtained for mortars incorporating 20% and 38.5% BBA by volume in which previous treatments, such as grinding, eliminating lightweight particles and combustion, had been applied. Finally, Maschio et al. [112] and Farinha et al. [113] revealed that the decreases obtained in compressive strength values of the mortars containing replacement levels up to 5 wt% or 15% by volume, respectively, with respect to the reference mortar, were not significant.

In the last decade, the research community has also been addressing the feasibility of recovering the fine fraction – recycled powder (<90 µm) of construction and demolition waste (CDW). The CDW is characterised by representing 37% of the total solid waste generated in the EU, as such that about 450–500 million tonnes of CDW are generated annually in the EU [145–147]. The composition of the CDW consists,

fundamentally, of components of a stone nature (concrete, mortar, unbound aggregate and ceramic materials, mainly), and excavated soil, metals, bituminous materials, glass, gypsum, wood, plastic or polymers [148]. This waste can be classified into concrete CDW, mixed CDW and ceramic CDW, based on its composition [148], with concrete CDW representing 40% of the volume generated. Traditionally, with the objective of efficiently recovering CDW in a context of sustainable development and avoiding increasing management, transferring and disposal costs, the use of CDW has been approached as: i) granular skeleton in formulating concretes [149–154] and more sustainable mortars [155–157], according to the technical specifications of each country due to its high porosity and water absorption; ii) recycled aggregates for highway bases and sub-bases [158,159]; and backfill material for underground mine openings [160]. Continuing with this line of recovery, a small number of researchers have evaluated the technical, economic and environmental viability of the use of CDW recycled aggregate for brick manufacture [161], the use of CDW powder from concrete waste for clinker manufacture [162] and the use of CDW powder as SCM. Regarding this last line of research, the same pattern is repeated as for other applications, where there has been more interest in concrete CDW recycled powder (CDWh) than those of a ceramic (CDWc) or mixed (CDWm) nature, the latter being little evaluated for their compositional heterogeneity. CDW recycled powder is an inorganic material rich in calcium and/or silica and hydrated cement paste (depending on its nature) [44], hence its possible potential as SCM in the cement-based materials industry. Regarding the research on the CDW concrete powder, it is worth highlighting the work carried out by Ma et al. [35] who researched the use of hydrated cement powder (HCP) as an alternative binder in new cementitious materials and evaluated the heat activation effect of the waste, as well as the properties of the mortars manufactured with it under different conditions, concluding that, despite reduced mechanical strength and increased capillary absorption of the mortars incorporating 50% HCP without heat treatment, 600–800 °C activation temperature is recommended to improve the performance of high volume HCP mortars. He et al. [40] also stated that the compressive strength of ultra-fine autoclaved-aerated concrete waste replaced cement pastes at 30% replacement level presented higher or equivalent value compared with pure cement paste and pore structure was effectively refined, so this waste could be efficiently used as SCM. In this same line of work, Moreno-Juez et al. [41] obtained a decrease of scant significance in mechanical strength of ~5% in the 28 d and 2–3% in the 90 d mortars made with 5–7% recycled limestone or siliceous concrete powder replacement, and still compliant with the short (2 d) and medium (28 d) term standard requirements for strength class CEM I 52.5. Oliveira et al. [46] studied the chemical and mineralogical composition and pozzolanic activity of the fine fraction of concrete waste used as a 0%, 15%, 25% and 50% replacement of Portland cement, as well as the influence of particle size distribution and replacement content in blended mortars, determining that characterization results of the waste and mechanical properties of mortars produced indicated the potential use of the fine fraction residue in cements in contents up to 25%. In parallel, CDW recycled concrete powder has been studied as SCM by replacing a percentage of the binder in manufacturing concrete with recycled coarse aggregate also from CDW [163,164]. Regarding the analysis of CDW recycled ceramic powder (CDWc), Wu et al. [43] evaluated the properties of green mortar blended with waste concrete or brick powder in various components, replacement ratios and particle sizes, noting that waste concrete powder and waste brick powder have certain pozzolanic activity and good filler and nucleation effect in new cement-based materials, the waste brick powder presenting superior activity than the waste concrete powder. They also established that replacement ratio and particle size all had an impact on setting time and early-age performance of pastes, and that the mortar containing waste brick powder had better compressive strength than the mortar containing waste concrete powder. Finally, the study by de Matos et al. [47] on the use of ceramic tile demolition waste as SCM

showed that compressive strength results at 1 d and 7 d led to strengths up to 5% higher than limestone did for the same replacement level and age, in good agreement with the hydration heat results. Regarding the use of CDW mixed recycled powder (CDWm) as SCM, there is a scientific gap in the effect of its addition on the performance of the new eco-cements; the only studies along this line are those carried out by Asensio et al. [165] and Rosales et al. [166]. Asensio et al. [165] analysed the chemical and mineralogical, morphological composition and lime-fixing capacity (pozzolanic activity) of CDW with different percentages of ceramic material, concluding that mixed wastes with a ceramic content between 10 and 60% have a lower lime-fixing capacity than silica fume and similar to fly ash. Rosales et al. [166] formulated several mortar mixtures where mixed recycled aggregate powder was applied as SCM, determining that mixtures with high substitutions, such as 20%, showed good mechanical strength.

In light of the background shown previously, it is worth indicating that the innovation of this research article is that it addresses the feasibility of using waste of a different nature (mixed CDW-CDWm or biomass waste-BBA) as supplementary cementitious materials (SCMs) for making cements in order to achieve climate neutrality, addressing the scientific knowledge of the intrinsic nature of these wastes, as well as, and especially, the effect of adding CDWm or BBA in the porous microstructure of the mortars manufactured with the new binary cements with lower clinker content through the simultaneous use of several instrumental techniques (MIP, X-ray computed tomography and SEM/EDX), not exclusively limiting the research to the effect that they experience in the macro properties (mechanical properties).

In this context, further detail of the effect of the use of BBA and CDWm in formulating binary cements with a lower clinker content is needed in the scientific/technical knowledge. The objective of this research is to analyse the feasibility of partial reuse (5%, 10%, 15% and 20%) of these waste types as SCMs in the design of new cements with a lower impact on the environment than the previous common cements. To achieve this, a chemical (chemical composition and pozzolanic activity), physical and mineralogical characterisation of the wastes (BBA and CDWm) has been carried out, as well as a physical (water demand, setting times, soundness and workability), mechanical (compressive strength) and micro-structural (porosity, pore diameter distribution and morphology of hydration products) characterisation of the pastes and mortars manufactured.

2. Materials and methods

2.1. Materials

Two types of waste were used to evaluate their possible use as SCMs: i) BBA from the combustion of non-woody (herbaceous) and woody (forestry, mainly eucalyptus and pine tree) waste from a biomass-fuelled power plant located in the region of Extremadura, Spain; labelled BBA-B; and ii) CDW powder obtained from grinding mixed recycled aggregate (MRA - ceramic content ~10.9%, concrete content ~44.0% and unbound aggregate content ~43.8% [148]), supplied by the construction and demolition waste management plant ARAPLASA, located in the region of Extremadura, Spain; labelled CDWm-R. The wastes were ground in a micronised mill until reaching a similar fineness, finally obtaining a specific surface area by BET for BBA-B and CDWm-R of 4.8 m²/g and 4.1 m²/g, respectively.

The fine aggregate used for manufacturing the mortars was CEN standard sand according to EN 196-1 [167]. Pastes as well as mortars were manufactured using de-mineralised water.

Finally, an Ordinary Portland Cement (OPC) CEM I 42.5 R, supplied by Lafarge, a cement manufacturer located in the region of Castile-La Mancha, Spain; was used. This cement meets all the requirements of EN 197-1 [15].

2.2. Experimental method

2.2.1. Characterisation of BBA and CDWm powder

The chemical composition of the powders was determined using X-ray fluorescence (XRF) and its mineralogy using X-ray diffraction (XRD). XRF scans were performed on a Bruker S8 TIGER wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometer using non-standardised Spectraplus Quant Express software. Mineralogy readings were taken on a Bruker D8 Advance X-ray diffractometer fitted with a Lynxeye detector and a Ni K-beta filter. The X-ray source was a Cu anode X-ray tube (radiation, 1.54 Å CuK α) running at 40 kV and 30 mA [168].

2.2.2. Preparing samples and manufacturing specimens

The binary-blended cement mixes designed in this study are shown in Table 1, with OPC substitution percentages of 0%, 5%, 10%, 15% and 20% by weight by BBA-B or CDWm-R. The mixtures were prepared in a Turbula® to achieve a homogeneous product. Pastes and mortars were manufactured in an automatic planetary mixer, Matest E093 model, then the fresh state properties were analysed and the moulds filled. In the case of the mortars, for each mix and age, three 4x4x16 cm³ prismatic specimens were manufactured, which were kept in their moulds under laboratory conditions (T = 20 °C, RH~60%) for the first 24 h and then cured by immersion in water up to test age.

2.2.3. Pozzolanic activity

The pozzolanic activity of the new SCMs was evaluated using two chemical methods (pozzolanicity test – Frattini and the saturated lime test) and a mechanical method (strength activity index). The Frattini test was carried out as described in European standard EN 196-5 [169]. This test determines the calcium ion concentration, expressed as the equivalent calcium oxide, of the aqueous solutions in contact with the different cement/waste mixtures studied (OPC, B5, B10, B15, B20, R5, R10, R15 and R20) after 8 d and 15 d hydration; comparing it with the standard calcium hydroxide solubility curve to determine the pozzolanicity of the new cements. This pozzolanicity requirement is considered to be met if the calcium ion concentration in the solution is less than the saturation concentration. According to EN 197-1, this pozzolanicity requirement must be satisfied for CEM IV (11–55% content of SCMs).

Regarding the lime saturation method, this is an accelerated method in which 1 g of the new SCMs (BBA-B or CDWm-R) was placed in contact with a saturated lime solution (75 ml) at 40 °C for 1, 3, 7, 28 and 90 d [170]. When specified, the solution was vacuum filtered on a Büchner funnel through a double layer of filter paper. The CaO ion concentration (expressed as calcium oxide or fixed lime) in the filtrate was quantified at the end of each trial period as recommended in the European standard EN 197-5 with slight modifications. The amount of lime fixed was calculated as the difference in the CaO concentration between the control saturated lime solution (17.68 mM/L) and the solution in contact with the sample (B or R).

Finally, the strength activity index (SAI) was determined following the procedure described in EN 450-1 [171], which regulates the use of

Table 1

Designation of the environmentally-friendly binary-blended mixes designed in the study.

Mix	OPC content (wt %)	OPC replacement percentage by SCMs (wt %)	
	CEM I 42.5 R	BBA-B	CDWm-R
R20	80	0	20
R15	85	0	15
R10	90	0	10
R5	95	0	5
B20	80	20	0
B15	85	15	0
B10	90	10	0
B5	95	5	0
OPC	100	0	0

fly ash as an additive for concrete, and in ASTM C618 [172], which regulates the use of ash from combustion and natural pozzolans. This index is calculated as the relationship between the compressive strength, found in accordance with EN 196-1 [167], after 28 d and 90 d, of the mortars made with 75% of the reference cement and 25% of the addition studied (EN 450-1), or after 7 d and 28 d of the mortars made with 80% of the reference cement and 20% of the addition studied (ASTM C618); and the compressive strength of the control mortar made with 100% of the reference cement (OPC), as per Equation (1).

$$SAI = (\sigma_{\text{blended mortar}} / \sigma_{\text{control mortar}}) \times 100 \quad (1)$$

where: $\sigma_{\text{blended mortar}}$ is the compressive strength of the mortars with addition and $\sigma_{\text{control mortar}}$ is the compressive strength of the control mortar, with no addition.

2.2.4. Water demand, setting times and soundness

The water demand and the initial and final setting times were determined with the automatic Vicat needle, Controls Vicamatic-2 model, pursuant to the European standard EN 196-3 [173]. Soundness was evaluated using Le Chatelier needles, a procedure included in standard EN 196-3 [173].

2.2.5. Workability

The workability of the fresh mortar was determined by the slump test (flow table) described in the standard EN 1015-3 [174].

2.2.6. Mechanical properties

The compressive strength of the standardised mortars (w/c = 0.50) OPC, B5, B10, B15, B20, R5, R10, R15 and R20; at 7, 28, 90 and 180 d was determined according to the European standard EN 196-1 [167]. The compressive strength of the B25 and R25 mortars was also evaluated at 28 d and 90 d to determine the previously indicated strength activity index (SAI) (see point 2.2.3).

2.2.7. Statistical analysis

The statistical technique used in this study was the analysis of variance (ANOVA). This analysis was used to estimate the effect of the different factor levels examined on the response variable and determine whether or not they were significant. The response variable considered was the compressive strength of the manufactured mortars, the chosen factor being the replacement percentage of each waste (0%–20% as shown in Table 1) for the different ages analysed. The statistical model with one factor was adjusted according to Equation (2).

$$Y_{ij} = \mu_1 + \alpha_i + \varepsilon_{ij} \quad (2)$$

$$i = 1, \dots, I; j = 1, \dots, n_i$$

where: i) Y_{ij} is the value of the response variable for case j at level i of the factor; ii) μ_1 is the mean of the response variable for level 1 of the factor; iii) $\alpha_1 = 0$ and α_i are the mean relative effects (relative to μ_1) corresponding to using level i instead of the first level; and iv) ε_{ij} are the model errors.

The estimates of model parameters were obtained with 95% confidence intervals. Multiple comparisons between the means of the different factor levels considered were performed using Tukey's Honest Significant Difference (HSD) method. The homoscedasticity and normality hypotheses were researched using the Bartlett and Shapiro-Wilk tests. Hypotheses were analysed with a significance level of p -values of 0.05. To carry out the analysis, the free R software, version 4.2.1, was used.

2.2.8. Porosity

Porosity and pore diameter distributions were obtained using Mercury Intrusion Porosimetry in a Micromeritics AutoPore IV porosimeter, which can measure pore diameters between 0.006 and 175 μm . Samples

of approximately 1 cm³, dried at 40 °C to constant mass, were used for the analyses.

Also, in order to analyse the macropore distribution, X-ray computed tomography imaging (CT) was obtained on a Nikon XT-H-160 scanner, equipped with target W, 0.125 mm Cu filter, 150–155 kV, 60–65 µA; exposure time 708 ms and 1200 scans per sample were recorded, at four frames per scan.

2.2.9. Micro-structure

The micro-structural and morphology analysis (SEM/EDX) of the new blended cements was carried out using the Hitachi S4800 (Tokyo, Japan) electron microscope, coupled to a Bruker Nano XFlash 5030 silicon drift detector for energy-dispersive spectroscopy (EDX) determining the chemical composition of the samples. To study the C/S ratio of the gels, at least 30 microanalyses/mixtures were carried out in an image of x40,000 magnification. Previously, the samples were secured to a metallic holder with a two-sided graphic adhesive after carbon coating the surface to ensure conductivity and detection of all the signals sought.

3. Results and discussion

3.1. Chemical and mineralogical characterisation

Table 2 shows the chemical composition of the new SCMs (BBA-B and CDWm-R) analysed, together with the specifications required by ASTM C618 for fly ash from combustion and calcined natural pozzolans [172] and EN 450-1 for fly ash [171]. It can be seen that the majority oxide in both SCMs is SiO₂ with a weight content for BBA-B and CDWm-R of ~57%, followed by CaO, reaching a value of ~15% (BBA-B) and ~11% (CDWm-R). These results are consistent with the range of previously recorded values (55% < (SiO₂)_{BBA} < 67%; 37% < (SiO₂)_{CDWm} < 70%; 9% < (CaO)_{BBA} < 30%; 4% < (CaO)_{CDWm} < 29%) for BBA [16,17,19,21,121,175,176] and CDW powder [42,43,48,49] with a nature similar to that of new SCMs. Likewise, it is observed that in the BBA-B residue the K₂O and the Al₂O₃ are found in a percentage greater than or equal to 3% by weight; the same happening for the Al₂O₃, the Fe₂O₃ and the K₂O in the CDWm-R residue.

The value of the reactive silica present in BBA-B and CDWm-R was ~43% and ~16% by weight, respectively. In the case of the BBA-B addition, it is observed that the content of reactive SiO₂ is greater

Table 2
Chemical composition of BBA-B and CDW-R.

Oxides (wt%)	BBA-B	CDWm-R
SiO ₂	56.55	56.59
Al ₂ O ₃	3.46	10.97
Fe ₂ O ₃	1.92	3.34
CaO	14.72	11.22
MgO ^b	2.09	1.97
P ₂ O ₅ ^b	1.59	0.18
SO ₃ ^a	1.45	0.61
K ₂ O	9.96	3.20
Na ₂ O	2.00	1.49
Cl ^a	0.58	0.02
TiO ₂	0.29	0.48
Cr ₂ O ₃	0.01	0.03
MnO	0.13	0.04
ZnO	0.01	0.04
LOI ^a	4.42	9.70
Others	0.83	0.12
SiO ₂ + Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃ ^a	62.50	70.91
CaO free	0.20	nd
CaO reactive	7.05	nd

Note. – LOI: loss on ignition; nd: not determined; ^a Chemical requirement from ASTM C618 to coal fly ash and raw or calcined natural [178]; and ^b Additional chemical requirement from EN 450-1 to fly ash.

than the 25% by weight prescribed in EN 197-1 to qualify as a pozzolanic material, at the same time that this value is similar to those registered (28% < (SiO₂)_{reactive} < 48%) by Medina et al. [129] for BBAs of a similar nature (mixture of biomass –mainly wood and woody biomass + herbaceous and agricultural biomass– or herbaceous and agricultural biomass). Regarding CDWm-R, this value is lower than that specified in EN 197-1, but it is within the range of values (13% < (SiO₂)_{reactive} < 33%) reported by Asensio et al. [165] for CDW mixed recycled powder with a composition similar to the CDWm-R used.

Regarding the content of SiO₂ + Al₂O₃ + Fe₂O₃, a value of ~62% and ~71%, respectively, is recorded for BBA-B and CDWm-R. These values are above the 50% and 70% required by ASTM C618 [172] for class C fly ash and class N artificial pozzolan, respectively. Another of the chemical requirements established by ASTM C618 is the SO₃ content, with the maximum value allowed for class N pozzolans and class C ash being 4% and 5%, respectively. The registered values, independent of the SCMs, are well below the limits established by the regulations.

With regards to the loss on ignition (LoI), the values recorded for the BBA-B and CDWm-R are ~4% and ~10%, respectively, being within the range of values (2% < LOI_{BBA-B} < 9% and 4% < LOI_{CDWm-R} < 19%) recorded previously by other authors for SCMs of a similar composition [129,143,165]. It should also be noted that these values are below the maximum value of 6% and 10% by weight required by ASTM C618 for class C fly ash and class N pozzolan, respectively. These LOI values are associated with the decomposition of components (carbonates, Portlandite, volatile elements, mainly) present in the wastes [92,177].

Additionally, the EN 450-1 standard includes other chemical requirements for fly ash related to the content of CaO_{free}, CaO_{reactive}, MgO and P₂O₅; establishing as limit values 1.5%, 10%, 4.0% and 5% by weight, respectively. These limits are above the values presented in the BBA-B, so this new SCM complies with these prescriptions. Also, according to Vassilev et al. [18], the oxide content in BA is normally SiO₂ > CaO > K₂O, as is the case for BBA-B.

Regarding the crystalline structure of the new SCMs, Fig. 1 shows that BBA-B has a less crystalline structure than CDWm-R. Regarding the diffractogram presented by the BBA-B residue, an amorphous halo is identified in the range of 2θ = 20–35°, probably due to amorphous silica (reactive silica), as well as characteristic peaks of cristobalite and quartz. Additionally, other crystalline phases such as calcite, sylvite, apatite, P₂O₅, mullite and feldspars (microcline and albite) are identified. Additionally, the CDWm-R presents as crystalline phases quartz, hematite, calcite, dolomite, illite and feldspars (albite, microcline and orthoclase). These results are in line with the mineralogical composition previously recorded for wastes of a similar nature to those addressed in the present research [129,143,165].

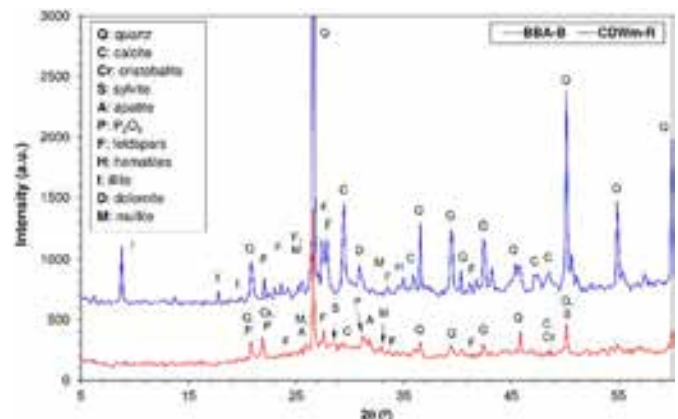


Fig. 1. XRD patterns corresponding to BBA-B and CDWm-R.

3.2. Granulometric distribution

The particle size distribution of the starting materials (BBA-B, CDWm-R and OPC) was analysed using a Mastersizer 3000 laser granulometer. The SCMs present a similar granulometric distribution showing $d(0.1)$ of 3.92 μm and 3.08 μm , $d(0.5)$ 15.4 μm and 13.5 μm and $d(0.9)$ 36.9 μm and 37.8 μm for BBA-B and CDWm-R, respectively. Likewise, the OPC presents a $d(0.1)$ of 2.41 μm , $d(0.5)$ 17.1 μm and $d(0.9)$ 48.7 μm .

3.3. Lime fixing ability

Fig. 2 shows the pozzolanic activity evolution of biomass waste (BBA-B) and CDW mixed powder (CDWm-R), indicating a different behaviour depending on the age of the test and waste type. It was also found that regardless of the test age, the new SCM from BBA (BBA-B) has greater capacity to fix lime than that from CDW (CDWm-R), with more than 90% lime reaching fixation at 28 d and 90 d. However, the CDWm-R has a capacity to fix lime at 28 d and 90 d of ~54% and ~69%, respectively. This behaviour is directly related to its mineralogical composition (see Fig. 1), especially with the presence of amorphous material ($\text{BBA-B}_{\text{reactive Silica}} \gg \text{CDWm-R}_{\text{reactive Silica}}$), which has the capacity to react with the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ existing in the medium to give rise to C-S-H gels [179].

The values obtained in the BBA-B are in line with what was previously observed by Medina et al. [129], who evaluated three BBAs of a similar nature and that fixed, depending on their specific surface and origin, more than 82% lime at 90 d; as well as by Rosales et al. [166] who registered values of 86% for olive BBA at 90 d. Regarding the CDWm-R value, it is slightly higher than that observed by Caneda-Martínez et al. [49] and Frías et al. [48], who obtained a range of fixed lime between 20 and 67% at 90 d for different CDW concrete powders, depending on the nature (siliceous or calcareous) of the constituent aggregate of the original concrete; as well as by Rosales et al. [166], who registered a value of 61% at 90 d for CDW mixed powder. The value obtained for CDWm-R is also lower than that reported by Asensio et al. [165], who obtained an amount of lime fixed at 90 d greater than or equal to 80% for various types of CDWs with different ceramic material content (20–100%). This variability in the ability to fix lime for different types of CDW is due to the fact that this property has a strong positive correlation with the content of ceramic material.

3.4. Pozzolanicity test

Fig. 3 shows the results of the pozzolanicity test of the new cements (OPC, B5, B10, B15, B20, R5, R10, R15 and R20) designed, after 8 d and 15 d of testing. It shows that at 8 d, all the cements, except binder B20,

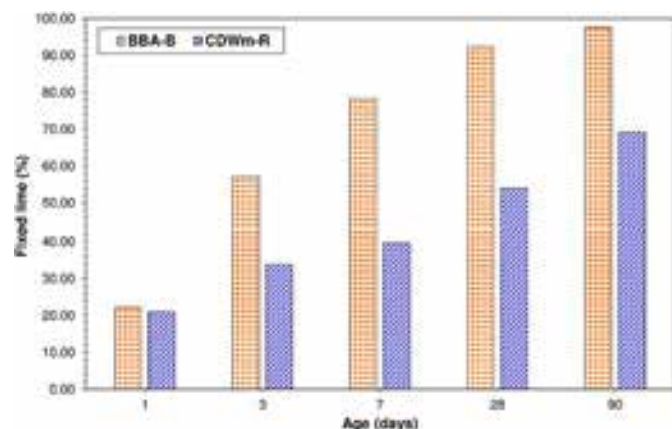


Fig. 2. Fixed lime versus time for SCMs (BBA-B and CDWm-R).

are slightly above the CaO solubility curve showing, depending on the type of SCM (BBA-B or CDWm-R), a shift to the right (BBA-B) or left (CDWm-R) of the $[\text{CaO}]/[\text{OH}]^-$ curve with respect to the standard cement (OPC). This displacement is greater, regardless of the SCM, as the substitution percentage increases.

With respect to the 15 d, it can be seen that the new cements that partially incorporate CDWm-R are again all above the solubility curve, which confirms that their ability to fix lime is low (see point 3.2), not causing a significant reduction of the Ca^{2+} content. Therefore, according to the provisions of the EN 197-1 [15] standard, the R15 and R20 mixtures could not be classified as pozzolanic cements (class IV/A). Regarding the mixtures with BBA-B, it can be seen that the cements with 5% BBA-B are above the solubility curve, while the rest of the mixtures (B10, B15 and B20) are below it. This behaviour is closely related to the reduced Ca^{2+} content released in the hydration process as a result of the pozzolanic reaction that takes place between SCM (B) and Portlandite (CH). Therefore, according to what is indicated in the EN 197-1 [15] standard, the B15 and B20 mixtures could be classified as pozzolanic cements (class IV/A).

The results observed for BBA-B are in line with those obtained by Medina et al. [7], who recorded that mortars with 10% BBA incorporation from agricultural and forestry wastes were, regardless of the test age, above the CaO solubility curve. Instead, it should be noted that Berra et al. [123] obtained negative results in the Frattini test for 15 wt% and 30 wt% replacement of cement by BFA from wood wastes. Regarding the behaviour registered for the CDWm-R, it is not aligned with that obtained by Asensio et al. [180], who evaluated this property in cements that incorporated CDW recycled ceramic powder (CDWc) as SCMs. These authors recorded that for incorporation percentages higher than 10%, the new cements were slightly below the CaO solubility curve. This variation in the behaviour of these SCMs (CDWm and CDWc) is closely related to the greater capacity to fix lime that CDWc wastes have compared to CDWm-R.

3.5. Strength activity index

Table 3 shows the strength activity index (SAI) of the mortars with 25% SCMs (BBA-B or CDWm-R) and 20% SCMs (BBA-B or CDWm-R), verifying the requirements established in the EN 450-1 [171] and ASTM C618 [172] for fly ash and combustion ash and/or natural pozzolans, respectively. Regarding the BBA-B, compliance with the requirements established by the EN 450-1 standard ($\text{SAI}_{28\text{d}} \geq 75\%$ and $\text{SAI}_{90\text{d}} \geq 85\%$) for fly ash and the ASTM C618 standard ($\text{SAI}_{7\text{d}} \geq 75\%$ and $\text{SAI}_{28\text{d}} \geq 75\%$) for class C combustion ash is acquired. These results are consistent with what was observed by other authors who obtained 28 d strength activity indices above 75% using different types of BBA from agricultural and woody waste [7]; using ashes from co-combustion of coal and various types of biomass such as agricultural, forestry or animal wastes [23]; or including BA from wood wastes [120]. Cordeiro and Kurtis [75] determined that in the case of using sugar cane bagasse ash as cement replacement, this value increases as the grinding time increases by using grinding times of 8, 30, 120, and 960 min; and therefore, the fineness of the ashes presenting D50 values varying from 29.6 to 4.4 μm , until reaching values greater than 75% at 28 d. Finally, the mortars designed with CDWm-R only meet the requirements established by ASTM C618 ($\text{SAI}_{7\text{d}} \geq 75\%$ and $\text{SAI}_{28\text{d}} \geq 75\%$) for type N natural pozzolans.

3.6. Water demand, setting times and soundness

Table 4 shows the results of water demand, initial and final setting times and soundness of the cements that partially include the new SCMs (BBA-B and CDWm-R).

Regarding the demand for water, it is observed that, regardless of the waste type and the substitution percentage, the addition of SCMs implies an increase in the water content with respect to OPC cement to reach a

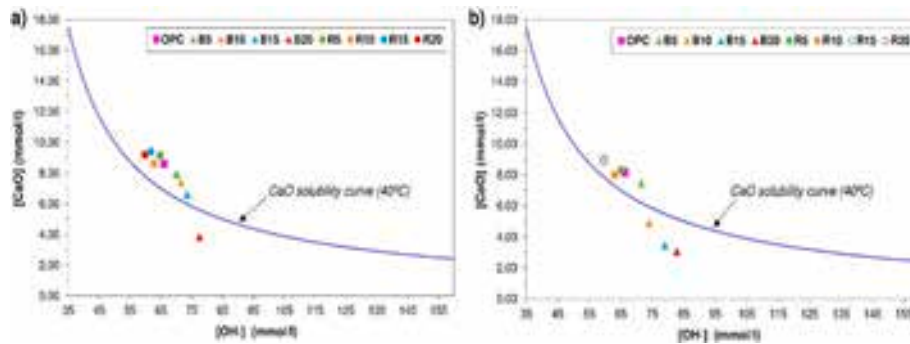


Fig. 3. Pozzolanicity test according to EN 196-5: a) 8 days; and b) 15 days.

Table 3
Strength activity index of the BBA-B and CDWm-R additions.

ID	Compressive strength (MPa)			SAI (%)		
	7 d	28 d	90 d	7 d	28 d	90 d
R25 ^A	–	43.5	46.1	–	72.5	72.7
B25 ^A	–	50.1	64.9	–	83.5	102.4
R20 ^B	36.6	45.0	–	75.1	75.0	–
B20 ^B	44.1	48.2	–	90.5	80.4	–
OPC	48.7	60.0	63.4	–	–	–

Note. – ID: mixture code; SAI: strength activity index; A: mortars pursuant to EN 450-1 requirements; B: mortars pursuant to ASTM C618.

normal consistency (34 ± 2 mm) pursuant to the EN 196-3 standard [173]. This increase follows a linear relationship with the substitution percentage, with the correlation equations for BBA-B and CDWm-R being: i) $Y_D = 0.42 \cdot X_{BBA-B} + 145$ [$R^2 = 0.94$]; and ii) $Y_D = 0.46 \cdot X_{CDWm-R} + 144.3$ [$R^2 = 0.99$], where Y_D is the water demand and X is the percentage of incorporation of SCMs. This behaviour is closely related to the morphology and geometry of the BBA-B and CDWm-R particles, which present a more angular shape (see Fig. 4) than the OPC particles due to the grinding process to which the new SCMs are subjected. Other authors [80,107] have also associated this increase in water demand with the incorporation of SCMs of agro-forestry origin due to the high LoI value, as is observed in the wastes used in this study.

Table 4
Physical properties of the cements designed.

Property/Mix	OPC	B5	R5	B10	R10	B15	R15	B20	R20
Water demand (g)	144.0	148.0	147.0	150.0	149.0	151.0	151.0	153.0	153.5
Initial setting time (min)	140	170	175	175	165	170	160	165	160
Final setting time (min)	210	259	256	262	248	230	222	252	236
Soundness (mm)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.5	1.0	0.0	0.5
Workability (mm)	194.9	189.8	187.6	180.2	165.6	186.6	179.6	176.8	176.3

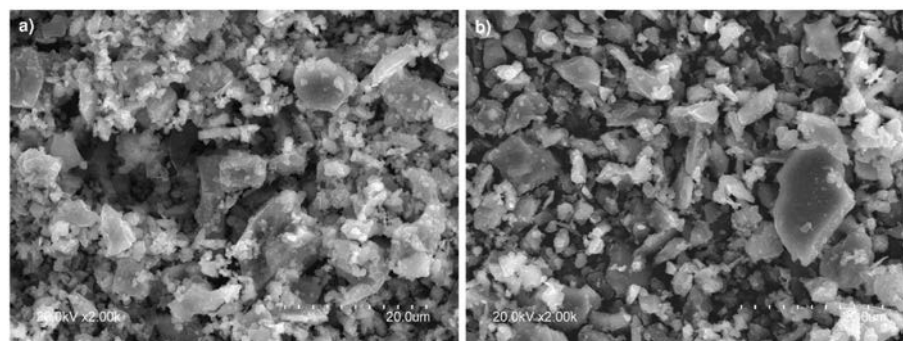


Fig. 4. SCMs morphology: a) BBA-B; and b) CDWm-R.

porosity of these additions with respect to OPC particles hinders the movement of the binders [80]; and iii) as the exothermic reaction between cement and water results in heat release and water evaporation and eventually in hardening of the paste, the reaction rate and reduction of liberated heat with the introduction of the additions could lead to late stiffening of the paste [132].

In the same way, Table 4 shows the results referring to the soundness (s) indicating that, regardless of the type of addition and its percentage, the values obtained are below the maximum value allowed ($s \leq 10$ mm) by the standard EN 197-1 [15] for common cements. The results obtained are in line with what was observed by other authors who used new SCMs of a similar nature. Medina et al. [7] found 1 mm expansions for incorporations of 10% and 20% of BBA from electric power production plants. Frías et al. [181] reported results of 0 mm for 10% and 20% cement replacement by BA from bamboo leaf waste. The values obtained in this study are also below the 1.5 mm recorded by Ban and Ramli [125] for 30 wt% wood waste ash replacement ratio; and 0.6–1.7 mm obtained by Sklivaniti et al. [127] for 2–10 wt% woody bottom ash mortars. Finally, in the case of mixtures that incorporate up to 10% substitution, the results are also below those obtained by Caneda-Martínez et al. [49], who recorded 0.0–1.0 mm when using recycled concrete powder up to a substitution percentage of 10 wt%.

3.7. Workability

Table 4 shows the consistency values of the analysed cements, indicating a reduction in their value with the addition of the evaluated SCMs, regardless of the waste type and substitution percentage. These decreases are in a range of $\Delta_{\text{OPC+BBA-B}} = -15.0$ to -2.6% and $\Delta_{\text{OPC+CDWm-R}} = -9.5$ to -4.3% , with respect to OPC mortar. This observed trend conforms to a linear relationship, with the correlation equation for OPC+BBA-B and OPC+CDWm-R mortars being: i) $Y_C = -1.36 \cdot X_{\text{BBA-B}} + 197.28$ [$R^2 = 0.90$]; and ii) $Y_C = -0.94 \cdot X_{\text{CDWm-R}} + 192.24$ [$R^2 = 0.89$], where Y_C is the consistency and X is the percentage of addition of SCMs. This behaviour is in line with that previously recorded for the water demand. The decreases obtained are below those reported by Chi [76] for a 20% incorporation of sugar cane bagasse ash (-32.9% compared to OPC). Along this line, other authors also observed decreases in workability when analysing the use of BA (rice husk ash [16], sugar cane bagasse ash [16,79], palm oil fuel ash [21], corncob ash [93], wood biomass ash [105,107,128]) or recycled

concrete powder from CDW [50] as SCMs.

3.8. Mechanical strength

Fig. 5 depicts the values of compressive strength (f_c) of the mortars made with the binary cements OPC+BBA-B and OPC+CDWm-R, as well as the standard mortar, OPC, depending on the curing time and the substitution percentage. The variation obtained with respect to OPC is compiled in Table 5. Firstly, it is shown that all the resistance values obtained at 7 d and 28 d meet the specifications established ($f_{c,7d} \geq 20$ MPa and $42.5 \leq f_{c,28d} \leq 62.5$ MPa) by the EN 197-1 standard [15] for common 42.5 N and 42.5 R resistance class cements. Likewise, an increase in compressive strength with curing age is observed, regardless of the type of SCM (BBA-B or CDWm-R) and substitution percentage, as a result of the cement hydration process, as well as of the pozzolanic reaction between the SCMs and the Portlandite in the mortars that include the additions.

At early ages (≤ 28 d), the compressive strength values of all binary mixtures are below the value of the reference mortar (7 d: $\Delta_{\text{OPC+BBA-B}} = -9.5$ to -0.2% ; $\Delta_{\text{OPC+CDWm-R}} = -25.0$ to -7.5% ; and 28 d: $\Delta_{\text{OPC+BBA-B}} = -19.6$ to -4.0% ; $\Delta_{\text{OPC+CDWm-R}} = -25.6$ to -11.1%), due to the dominant effect of dilution (lower cement content) compared to the pozzolanic activity of the SCMs, which are characterised by being two additions with a low capacity to fix lime at early ages ($t < 28$ d). This same assessment was made by Medina et al. [7] when analysing the compressive strength at early ages of mortars made with 10% and 20% cement replacement by three different types of BBA from

Table 5

Variation of compressive strength, expressed as a percentage with respect to OPC.

Mortar	Curing age			
	7 d	28 d	90 d	180 d
R20	-25.0	-25.6	-19.5	-20.8
B20	-9.5	-19.6	6.8	13.4
R15	-13.1	-20.9	-5.2	-12.4
B15	-7.2	-14.2	7.9	15.0
R10	-11.3	-14.4	0.1	-4.6
B10	-0.2	-4.0	9.1	8.2
R5	-7.5	-11.1	9.2	1.6
B5	-1.0	-8.8	13.0	12.0

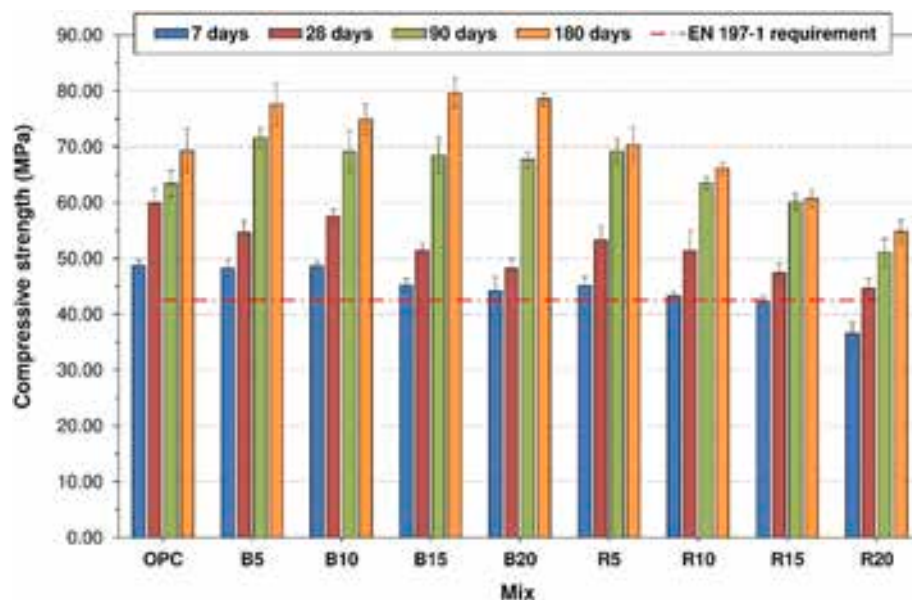


Fig. 5. Compressive strength of the mortars studied.

biomass-fuelled power plants. It is also observed that the mortars that incorporate BBA-B experience lower decreases (see Table 5) with respect to OPC than the mortars with CDWm-R, due to the greater pozzolanic activity that BBA-B has compared to CDWm-R. Despite these decreases, the range of reductions in compressive strength of mixtures B5, B10, B15 and B20 at 28 d was lower than that obtained by other authors, such as Sklivanit et al. [127] ($\Delta = -32.8$ to -20.8%) for 28 d with a 2–10 wt% woody bottom ash. The ranges at 7 d and 28 d were also similar to those recorded by Medina et al. [7] for mortars made with 10% and 20% cement replacement by three different types of BBA from biomass-fuelled power plants ($\Delta_{7d} \sim -19.3$ to -5.3% ; $\Delta_{28d} \sim -15.9$ to -1.5%); García and Sousa [124] for mortars made with 5% and 10% forest waste BBA ($\Delta_{7d} = -14.9$ to -8.9% ; $\Delta_{28d} = -10.5$ to -4.1%); and Fort et al. [136] for mortars made with 10% and 20% BFA as cement replacement ($\Delta_{28d} = -12.0$ to -5.7%). In parallel, the reductions in the compressive strength of the R15 (-20.9%) and R20 (-25.6%) mixtures at 28 d were lower than those obtained by Oliveira et al. [46], who found a decrease of 33% for 15% replacement of cement by concrete powder from CDW at the same age. The decreases at 7 d of R10 (-11.3%) and R20 (-25.0%) are of the same order as those registered by de Matos et al. [47] for 10% (-13.2%) and 20% (-22.5%) of cement substitution by ceramic tile powder from CDW.

Nevertheless, with long curing ages, the OPC+BBA-B mortars (B5, B10, B15 y B20) and the OPC+CDWm-R (R5 and R10) mortars after 90 d showed a behaviour similar to OPC, associated to the fact that the dilution effect is compensated with the pozzolanic activity of the SCMs, especially in the case of mortars with BBA-B. This activity gives rise to the formation of C–S–H gels that cause a refined micro-structure of the cementing matrix and a decrease in porosity (see section 3.9). Regarding the results obtained for the mortars with BBA-B, it should be noted that they are above those registered by Rosales et al. [166], who obtained a 90 d decrease of $\sim 27\%$ for 10% olive biomass bottom ash bearing mortar; by Garcia and Sousa [124], who observed higher or similar values to their reference mortar for 5% or 10% forest waste BBA at 90 d ($\Delta = -3.1$ – 8.6%); and by other authors who substituted 10–30% of cement with biomass ash and indicated that after 90 d, the compressive strength ranged between 61% and 93% of the reference mortar [100]. The observed results were also superior to those registered by Medina et al. [7], who incorporated three types of BBA from the combustion of woody and herbaceous material from power generation plants as SCMs, experiencing variations $\Delta_{90d} \sim -11.0$ – 0.0% and $\Delta_{180d} \sim -3.0$ – 6.0% with respect to mortar reference for 10% and 20% substitution of OPC by BBA; and by Maschio et al. [112] for 10% and 20% substitution of OPC by wood BBA at 180 d ($\Delta = -54.2$ to -41.0%). Regarding the mortars with CDWm-R, the results obtained for R5 and R10 at the age of 90 d are better when compared to those previously found by Caneda-Martínez et al. [49], who evaluated the incorporation of 5 wt% and 10 wt% of two types of powder from concrete waste in mortars, obtaining losses of $\Delta = -27.9$ to -14.5% . However, the variation in resistance of the R20 mortars at 90 d is greater than the 10.0% decrease with respect to the reference mortar registered by Rosales et al. [166] for a 20% incorporation of powdered mixed recycled aggregates (pMRA) as SCMs; while Reig et al. [59] and Pitarch et al. [60] reported smaller or similar decreases in compressive strength at the ages of 90 d and 180 d of mortars made with 15 wt% and 25 wt% substitution of cement by ceramic sanitary ware powder from CDW dumps ($\Delta_{90d} = -9.7$ to -2.5% ; $\Delta_{180d} = -1.2$ – 3.4%) and ceramic tile powder from industry or CDW ($\Delta_{90d} \sim -14.0$ to -5.3% ; $\Delta_{180d} \sim -11.3$ to -4.3%). The lower decreases found by those authors are directly related to the intrinsic properties of the waste type.

3.9. Statistical analysis

The results of the adjustment of the statistical model for compressive strength with one factor (percentage of substitution of each waste) and nine levels (OPC, B5, B10, B15, B20, R5, R10, R15, R20) are shown in

Table 6. In the first place, it can be observed that the decreases that occur in the response variable (compressive strength) for all the mixtures with OPC+BBA-B or OPC+CDWm-R at early ages ($t \leq 28$ d) are considered significant; except in the case of B10, where there is no statistical evidence to confirm that incorporating 10% BBA-B (B10) instead of 0% BBA-B (OPC) has an adverse effect on the mechanical behaviour of mortars. At later age (90 d and 180 d) significant increases were achieved for all the mixtures with BBA-B (B5, B10, B15 and B20) with respect to OPC, regardless of the percentage studied. Thus, the possibility of its use at least up to 20 wt% is confirmed, reaching compressive strengths greater than those of the reference mortar. On the other hand, using CDWm-R at later age ($t \geq 90$ d) in the percentages studied, it can be said that the variations that occur in the compressive strength with respect to OPC are not significant for R5 and R10; while the decreases are significant for R15 and R20. Therefore, the only mixtures among those analysed that produce a significant loss of compressive strength of the new binary mortars compared to the reference mortar are those that replace 15% or 20% OPC by CDWm-R.

Additionally, the significant (p -value <0.05) and non-significant (p -value >0.05) differences between the means of the response variable for the different mixtures studied at the age of 180 d can be seen in Table 7. It confirms that there is no significant difference at this age between using any of the percentages 5–20 wt% BBA-B. Also, according to the statistical analysis, R5 and B10, as well as R5 and R10, could be used interchangeably. However, there is sufficient statistical evidence to affirm that the differences between using any of the percentages 5–20 wt % BBA-B and 5–20 wt% CDW-R (except R5 and B10, as indicated above) are significant.

3.10. Porosity and pore diameter distribution

Table 8 shows the results of total porosity, pore volume >0.05 mm and mean pore diameter of the mortars studied at the age of 180 d. The mortars manufactured with 5–20% BBA-B (B5, B10, B15 and B20) and with 5% CDWm-R (R5) presented porosity values below those of the reference mortar (OPC), with decreases for 5–20% BBA-B: $\Delta_{\text{total porosity}} = -25.6$ to -3.1% ; $\Delta_{\text{pore volume } >0.05 \text{ mm}} = -50.0$ to -17.7% and $\Delta_{\text{mean pore diameter}} = -35.3$ to -10.5% ; and for 5% CDWm-R: $\Delta_{\text{total porosity}} = -6.1\%$; $\Delta_{\text{pore volume } >0.05 \text{ mm}} = -29.2\%$ and $\Delta_{\text{mean pore diameter}} = -2.8\%$. These results are due to the pozzolanic activity of the additions at later ages, especially BBA-B, leading to the formation of secondary C–S–H gels that cause refinement of the porous system in the micro-structure of the cementing matrix. The porosity values for the mortars manufactured with 10–20% CDWm-R (R10, R15 and R20) are similar or above those registered for the reference mortar (OPC): $\Delta_{\text{total porosity}} = 1.5$ – 11.2% ; $\Delta_{\text{pore volume } >0.05 \text{ mm}} = 18.1$ – 84.6% and $\Delta_{\text{mean pore diameter}} = -1.9$ – 13.2% . This behaviour is associated with this addition's lower ability to fix lime, as previously indicated (see point 3.2). The reductions obtained for 5–20% BBA-B represent an improvement compared to the

Table 6
Parameters of the ANOVA statistical model with one factor.

Parameters/Age	7 d	28 d	90 d	180 d
α_2 – B5	0	(–)	(+)	(+)
α_3 – B10	0	0	(+)	(+)
α_4 – B15	(–)	(–)	(+)	(+)
α_5 – B20	(–)	(–)	(+)	(+)
α_6 – R5	(–)	(–)	(+)	0
α_7 – R10	(–)	(–)	0	0
α_8 – R15	(–)	(–)	(–)	(–)
α_9 – R20	(–)	(–)	(–)	(–)
Hypothesis contrast				
H.V. p -value	0.1435	0.5267	0.2549	0.1768
N.T. p -value	0.0301	0.8444	0.4704	0.0128

Note. – 0: not significant; (+): significant increase; (–): significant decrease; HV: homoscedasticity hypothesis; NT: normality hypothesis.

Table 7

Differences between the means of the response variable for the mixtures studied at 180 d.

Mixtures	p-value	Mixtures	p-value
B10 – B5	0.7950	R5 – B15	0.0001
B15 – B5	0.9508	R10 – B15	0.0000
B20 – B5	0.9998	R15 – B15	0.0000
R5 – B5	0.0034	R20 – B15	0.0000
R10 – B5	0.0000	R5 – B20	0.0007
R15 – B5	0.0000	R10 – B20	0.0000
R20 – B5	0.0000	R15 – B20	0.0000
B15 – B10	0.1480	R20 – B20	0.0000
B20 – B10	0.4700	R10 – R5	0.2342
R5 – B10	0.1790	R15 – R5	0.0001
R10 – B10	0.0002	R20 – R5	0.0000
R15 – B10	0.0000	R15 – R10	0.0644
R20 – B10	0.0000	R20 – R10	0.0000
B20 – B15	0.9988	R20 – R15	0.0314

Table 8

Porosity of the mortars studied at 180 d.

Mix	Total porosity (vol %)	Pore volume >0.05 mm (mm ³)	Mean pore diameter (µm)
OPC	11.77	2.60	0.0569
B5	10.10	1.89	0.0492
R5	11.05	1.84	0.0553
B10	11.41	2.14	0.0509
R10	11.95	3.07	0.0558
B15	8.88	1.30	0.0368
R15	12.05	3.65	0.0580
B20	9.37	1.39	0.0428
R20	13.09	4.80	0.0644

results obtained in other studies, such as those carried out by Medina et al. [7], for the mortars with 10% and 20% replacement of OPC by BBA at 365 d ($\Delta_{\text{total porosity}} = 0.2\text{--}13.4\%$); Rosales et al. [166], where the use of 10% OPC substitution by BBA gave rise to a total porosity 2.26 times higher than that of the reference mortar; Kim et al. [137] for 10% and 20% substitution by treated or untreated BFA at the age of 28 d ($\Delta_{\text{total porosity}} = 10.1\text{--}50.0\%$); or by Pavlikova et al. [128] for mortars made with 10–20% OPC replacement by BFA and BBA from a heating plant as SCMs after 28 d ($\Delta_{\text{total porosity}} = -7.8\text{--}5.1\%$; $\Delta_{\text{mean pore diameter}} = -13.7\text{--}7.8\%$). Other researchers found similar results to those registered in this study for 5–20% BBA-B, such as Medina et al. [7] for 10% and 20% substitution of OPC by BBA at 365 d ($\Delta_{\text{mean pore diameter}} = -44.6\text{ to }-9.2\%$). Also, with respect to the mortars made with CDWm-R, it is observed that, despite the fact that the mean pore diameter remains practically invariable with the addition of up to 15% of this waste, the total porosity and the pore volume >0.05 mm increase with the percentage of substitution. This fact was also observed by He et al. [40] and Asensio et al. [180], who analysed the use of up to 40% autoclaved aerated concrete waste for cement replacement and the use of up to 30% fired clay-based construction and demolition waste, respectively. Increased total pore volume from 10% substitution is due to the fact that CDWm-R is a waste with less pozzolanic activity, and the volume of new hydration products resulting from this activity (C–S–H gels) cannot fill the existing pore space. However, the total porosity increases for mortars made with 10–20% CDWm-R are within the range found by other authors for the use of 10–30% CDW concrete powder or CDW mixed powder: $\Delta_{\text{total porosity}} = 1.0\text{--}63.8\%$ [43,166,180]. Finally, it should be noted that Wu et al. [43] obtained decreases in total porosity of up to 20.9% for mortars with 10–20% brick powder and Li et al. [182] indicated a decrease in the volume of macropores with the use of 10–40% waste ceramic powder, these behaviours being related to the greater pozzolanic activity of this waste type.

Fig. 6 shows the representation of the pore diameter distribution curves of the mortars at 180 d. It shows a shift to the right with respect to

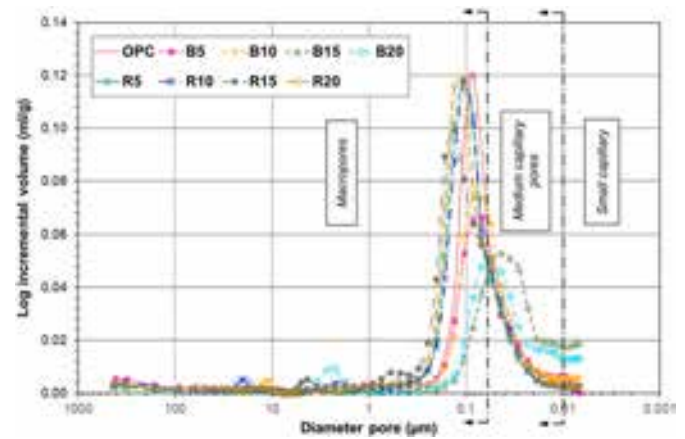


Fig. 6. Pore diameter distribution of the mortars at 180 d.

OPC of the pore size curves referring to OPC+BBA-B mortars (B5, B10, B15 and B20), in the order B15–B20–B5–B10; while in the case of OPC+CDWm-R mortars, a displacement to the left is observed, in the order R15–R20–R10–R5. This figure also shows very clearly how the addition of BBA-B causes an increase in medium ($0.01 < \Phi < 0.05 \mu\text{m}$) and small ($0.01 < \Phi < 0.006 \mu\text{m}$) capillary pores instead of macropores. Again, this observed behaviour is intrinsically related to the pozzolanic activity of these wastes (BBA-B \gg CDWm-R) that contributes to the formation of C–S–H gel that fills the pores at long ages [183].

Fig. 7 shows the distribution of pores larger than 0.05 mm (macropores) in the cementitious matrix of the mortars at 180 d, obtained by X-ray computed tomography. It shows that the OPC (Fig. 7a), R15 (Fig. 7h) and R20 (Fig. 7i) mortars present some macropores with a diameter between 4.0 and 5.0 mm; while in B5, B10, B15 and B20 (Fig. 7b, c, d and e) mortars and R5 (Fig. 7f) and R10 (Fig. 7g) mortars only pores up to ~ 4.0 mm are observed, with a greater number of pores smaller than 1 mm and between 1.5 and 4.0 mm in mortars with BBA-B (B5, B10, B15 and B20) and CDWm-R (R5 and R10). These results are in line with what was previously recorded by the mercury intrusion porosimetry (MIP) technique.

Fig. 8 shows the relationships between total porosity and pore volume >0.05 mm with the compressive strength at 180 d of the manufactured mortars. First, the trend found indicates that the total porosity decreases linearly as the compressive strength increases, regardless of the addition used (BBA-B: $R^2 = 0.83$; CDWm-R: $R^2 = 0.85$), occurring in a similar way with pore volume >0.05 mm (BBA-B: $R^2 = 0.91$; CDWm-R: $R^2 = 0.95$). This relationship is due to the fact that the formation of C–S–H gel as the main hydration product contributes to resistance gain as well as densifying the micro-structure and pore system refinement [184]. It is also observed that, for the mixtures whose compressive strength values at 180 d were higher than the values found for OPC, the total porosity values and pore volume >0.05 mm were lower (5–20% BBA-B: $\Delta_{f_c} = 8.2\text{--}15.0\%$, $\Delta_{\text{total porosity}} = -25.6\text{ to }-3.1\%$, $\Delta_{\text{pore volume}} >0.05 \text{ mm} = -50.0\text{ to }-17.7\%$, and 5% CDW-R: $\Delta_{f_c} = 1.6\%$, $\Delta_{\text{total porosity}} = -6.1\%$, $\Delta_{\text{volume of pores}} >0.05 \text{ mm} = -29.2\%$). The reductions in total porosity and pore volume >0.05 mm, as a function of addition and substitution percentage, were B15>B20>B5>R5>B10, similar to the increase in compressive strength at this age (Table 5): B15>B20>B5>B10>R5. On the other hand, the mechanical resistance values of the mixtures manufactured with 10–20% CDWm-R were lower than the values found for OPC, and those of total porosity and pore volume >0.05 mm higher than those of OPC ($\Delta_{f_c} = -4.6\text{ to }-20.8\%$; $\Delta_{\text{total porosity}} = 1.5\text{--}11.2\%$; $\Delta_{\text{pore volume}} >0.05 \text{ mm} = 18.1\text{--}84.6\%$). This fact corresponds to the dilution effect and the lower pozzolanic activity of CDWm-R mentioned previously, which are accentuated for percentages higher than 5%. Increases in porosity and pore volume >0.05 mm as a function of percent substitution were R10<R15<R20, in the same order

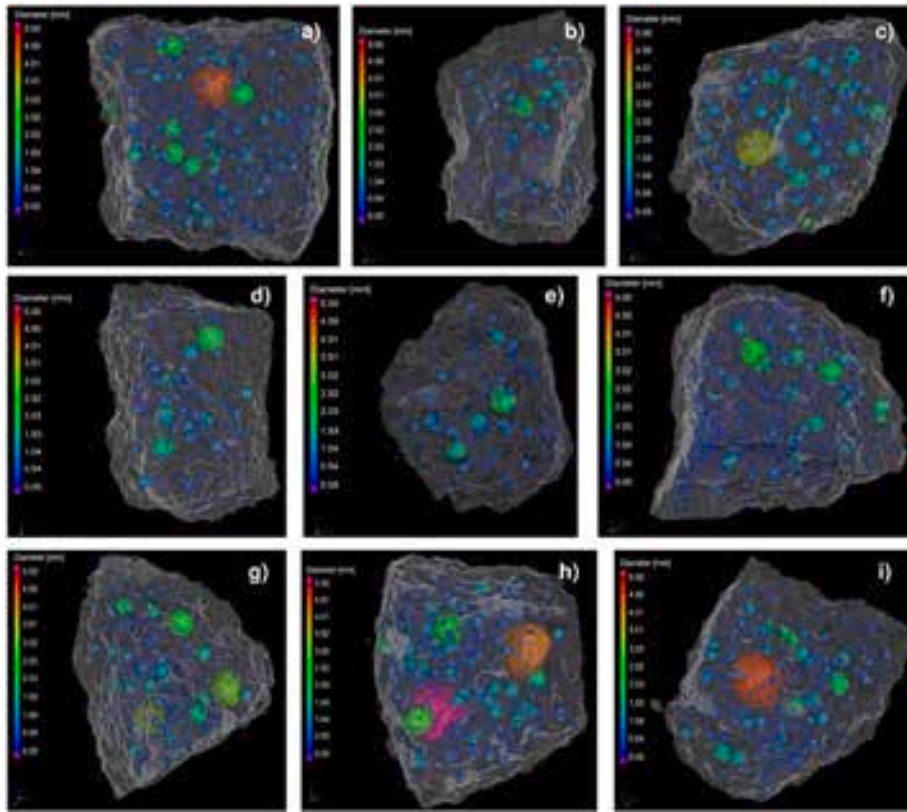


Fig. 7. Distribution of pores larger than 0.05 mm in the mortars at 180 d: a) OPC; b) B5; c) B10; d) B15; e) B20; f) R5; g) R10; h) R15; and i) R20.

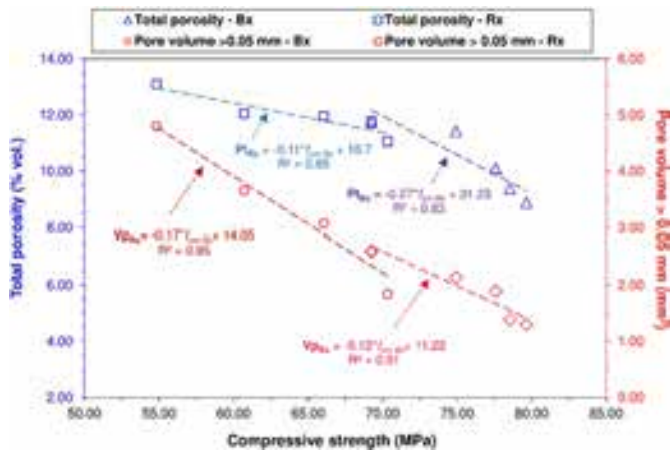


Fig. 8. Relationship between total porosity and pore volume with compressive strength at 180 d.

as the decreases in the compressive strength of these mixtures with respect to OPC (Table 5).

Something similar occurs with the linear trend that follows the decrease in the mean pore diameter with the increase in compressive strength (Fig. 9): BBA-B: $R^2 = 0.81$; CDWm-R: $R^2 = 0.82$. Reductions in mean pore diameter for mixes with compressive strength greater than OPC at 180 d, as a function of addition and substitution percentage (5–20% BBA-B: $\Delta f_c = 8.2$ –15.0%; $\Delta_{\text{mean pore diameter}} = -35.3$ to -10.5% ; and 5% CDW-R: $\Delta f_c = 1.6\%$; $\Delta_{\text{mean pore diameter}} = -2.8\%$) followed the same order as the increase in mechanical resistance: B15>B20>B5>B10>R5. In parallel, the increases in the mean pore diameter for the mixes with compressive strength lower than that of OPC at 180 d ($\Delta f_c = -4.6$ to -20.8% ; $\Delta_{\text{mean pore diameter}} = -1.9$ –13.2%)

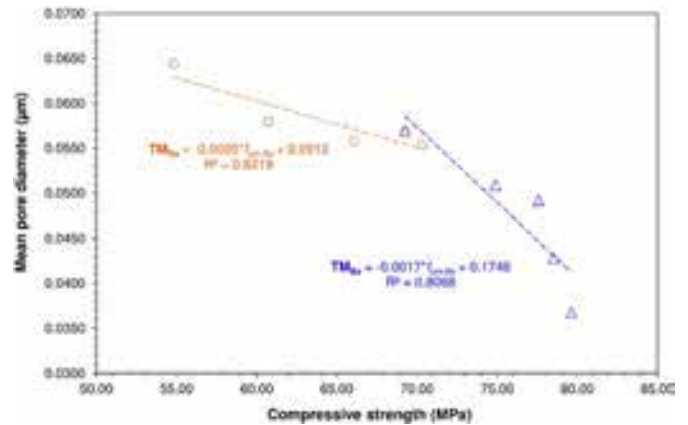


Fig. 9. Relationship between mean pore diameter and compressive strength at 180 d.

followed the same order as the decrease in mechanical resistance: R10<R15<R20.

3.11. Micro-structure

Fig. 10 shows the micro-structure of the OPC, B20 and R20 mortars after 90 d of curing, illustrating that the partial incorporation of the SCMs (BBA-B or CDWm-R) does not negatively influence the homogeneity of the matrix. The inclusion of sand in the cementing matrix made up of hydration products, as well as the presence of anhydrous calcium silicates from the unhydrated cement can be seen. These anhydrous phases are characterised by their white colour (residual cement grain) and a hydration halo with grey tones. It was also observed that the aggregate/matrix interfacial transition zone (ITZ) has a similar

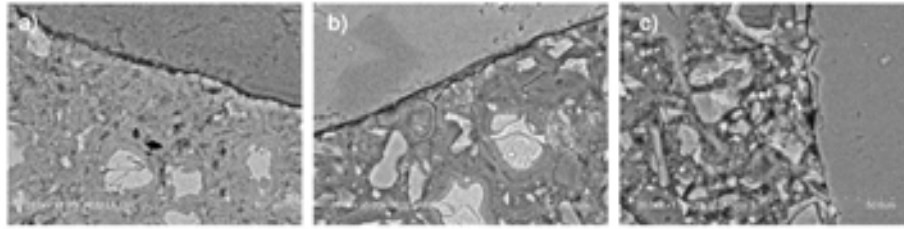


Fig. 10. Micro-structure of the matrix and ITZ of the mortars at 90 d of curing: a) OPC; b) B20; and c) R20.

appearance regardless of the type of binder used.

Fig. 11 shows the morphology of the hydrated calcium silicates (C–S–H gels) in the mortars cured at 90 d, illustrating that the C–S–H gels have a fibrous structure, corresponding to type I gels according to the morphological classification proposed by Diamond [185]. The calcium/silicon ratio (C/S) of the C–S–H gels was 2.18 ± 0.15 ; 1.82 ± 0.10 and 1.95 ± 0.13 for the OPC, B20 and R20 mortars, respectively. This lower C/S ratio in the new cements would be associated with the pozzolanic activity of the SCMs, experiencing a decrease as the capacity to fix lime increases. The values obtained for the C/S ratio in B20 and R20 are higher than those previously recorded by Medina et al. [7] and Asensio et al. [180] for SCMs from electric power production plants (C/S = 1.61) and ceramic-based from CDW (C/S = 1.49), respectively.

Fig. 12 reveals the presence of Portlandite plates in the cementitious matrix of OPC, B20 and R20 mortars after 90 d of curing, showing that the size of the plates ($CH_{OPC} \sim 16.7 \mu\text{m}$; $CH_{B20} \sim 8.4 \mu\text{m}$; and $CH_{R20} \sim 13.3 \mu\text{m}$) decreases when the SCMs are used, as a result of the pozzolanic reaction between the SCMs (BBA-B > CDWm-R) and the Portlandite resulting from the hydration of the cement. This decrease stands for the B20 and R20 at 49.9% and 20.5% compared to the OPC, respectively.

4. Conclusions

The conclusions drawn from this research work are:

- The chemical composition of the BBA-B addition meets the reactive $\text{SiO}_2 > 25\%$ requirement established by the EN 197-1 standard for pozzolanic materials; the requirements $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 > 50\%$; $\text{SO}_3 < 4$ and 5% ; and $\text{LoI} < 6\%$ and 10% established in the ASTM C618 standard for class C fly ash and class N pozzolans; and the requirements $\text{CaO}_{\text{free}} < 1.5\%$; $\text{CaO}_{\text{reactive}} < 10\%$; $\text{MgO} < 4.0\%$ and $\text{P}_2\text{O}_5 < 5\%$ indicated in the EN 450-1 standard for fly ash. The chemical composition of the CDWm-R addition also meets the requirements $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 > 70\%$; $\text{SO}_3 < 5\%$; and $\text{LoI} < 10\%$ established by the ASTM C618 standard for class N pozzolans.
- The BBA-B addition has a less crystalline mineralogical structure than CDWm-R; greater capacity to fix lime and higher strength activity index, meeting the requirements established by the EN 450-1 standard for fly ash and the ASTM C618 standard for class C combustion ash.
- The new cements with BBA-B and CDWm-R presented a higher water demand than the reference mortar. However, these eco-efficient

cements met EN 197-1 minimum initial setting time requirement (≥ 60 min) and soundness specifications; and have no adverse effect on workability.

- The compressive strength values obtained after 7 d and 28 d, regardless of the type of SCM (BBA-B or CDWm-R) and the substitution percentage up to 20%, met the specifications established by the EN 197-1 standard for common resistant-class cements 42.5 N and 42.5 R.
- At the ages of 90 d and 180 d, the mortars manufactured with the new cements 5–20% BBA-B, 5% and 10% CDWm-R presented a similar behaviour (increases not statistically significant) or superior (increases statistically significant, up to 15.0%) to that of the reference mortar; while the mortars made with 15% and 20% CDWm-R experienced significant losses of up to 20.8%.
- Mortars manufactured with the new 5–20% BBA-B and 5% CDWm-R cements experienced decreases in total porosity, pore volume > 0.05 mm and mean pore diameter of up to -25.6% , -50.0% and -35.3% , respectively, with respect to the reference mortar, OPC; while the mortars made with 10–20% CDWm-R presented increases of up to 11.2%, 84.6% and 13.2%, respectively.
- The relationships between the total porosity, the pore volume > 0.05 mm and the mean pore diameter with the compressive strength at 180 d of the mortars were linear, regardless of the addition used.
- The addition of BBA-B and CDWm-R does not cause significant changes in the morphology of the ITZ aggregate/cementing matrix or in the morphology of the hydration products (C–S–H gel, Portlandite, mainly). The inclusion of the new SCMs causes a reduction in the C/S ratio of the C–S–H gels down to 1.82 ± 0.10 and 1.95 ± 0.13 for the B20 and R20 mortars, respectively; and a reduction in the size of the CH plates.
- The new cements with 15% and 20% BBA-B (B15 and B20) can be classified as CEM IV/A (11–35% substitution) pozzolanic cements.
- The use of these new cements with a lower clinker content in composite design and manufacture does not require any change to the technological process that their manufacture would entail. However, the greater demand for water and initial setting time and lower workability should be considered in the formulation phase.
- The recommendations for the use of these cements with a lower clinker content requires research into their durability to different classes of environmental exposure.

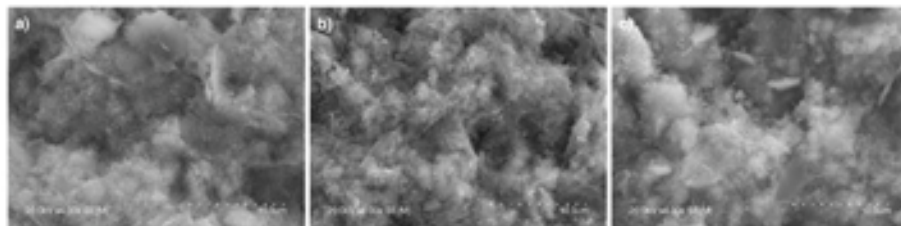


Fig. 11. C–S–H gels: a) OPC; b) B20; and c) R20.

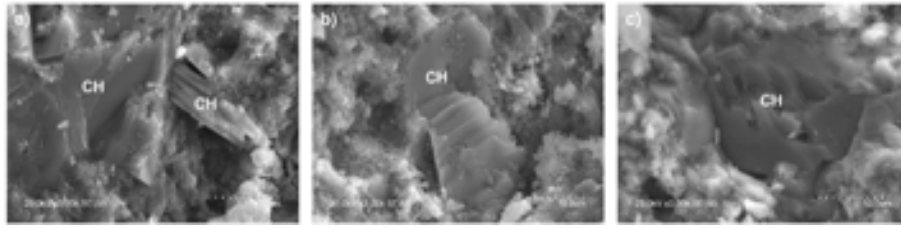


Fig. 12. Portlandite plates (CH): a) OPC; b) B20; and c) R20.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data availability

No data was used for the research described in the article.

Acknowledgements

This study was funded by the Spanish Ministry for Science and Innovation under project PID2019-107238RB-C21/AEI/10.13039/501100011033 and the IB 20131 research project financed by the Consejería de Economía, Ciencia y Agenda Digital de la Junta de Extremadura and by the European Regional Development Fund (ERDF) of the European Union. It has also been possible thanks to the aid under grant GR 18122 awarded to the MATERIA research group funded by the Consejería de Economía, Ciencia y Agenda Digital de la Junta de Extremadura and FEDER. Author Paula Velardo benefited from Spanish Ministry of Education, Culture and Sport pre-doctoral scholarship FPU17/06093.

References

- [1] European Parliament, Directive (EU) 2018/2001 of the European Parliament and of the Council of 11 December 2018 on the promotion of the use of energy from renewable sources, in: E. Union, 2018. Brussels.
- [2] European Parliament, Directive (EU) 2018/851 of the European parliament and of the council of 30 may 2018 amending directive 2008/98/EC on waste, in: E. Union, 2018. Brussels.
- [3] European Commission, The European Green Deal, 2019, p. 24. Brussels.
- [4] United Nations, Paris agreement, in: United Nations Framework Convention on Climate Change, 2015, p. 25.
- [5] CEMBUREAU, The European Cement Association, Activity Report, Brussels, 2019.
- [6] CEMBUREAU, The European cement association. <https://cembureau.eu/about-our-industry/key-facts-figures/>, 2022.
- [7] J.M. Medina, I.F. Saez del Bosque, M. Frias, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Design and properties of eco-friendly binary mortars containing ash from biomass-fuelled power plants, *Cement Concr. Compos.* 104 (2019).
- [8] E. De Lena, B. Arias, M.C. Romano, J.C. Abanades, Integrated calcium looping system with circulating fluidized bed reactors for low CO₂ emission cement plants, *Int. J. Greenh. Gas Control* 114 (2022).
- [9] E. Gartner, H. Hira, A review of alternative approaches to the reduction of CO₂ emissions associated with the manufacture of the binder phase in concrete, *Cement Concr. Res.* 78 (2015) 126–142.
- [10] I.F. Saez del Bosque, M. Frias, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Activation temperature-mediated mineralogical transformations in slate quarry sludge: pozzolanic properties, *Construct. Build. Mater.* 187 (2018) 819–829.
- [11] L. Tosti, A. van Zomeren, J.R. Pels, J.J. Dijkstra, R.N.J. Comans, Assessment of biomass ash applications in soil and cement mortars, *Chemosphere* 223 (2019) 425–437.
- [12] S. Al-Shmaisani, R.D. Kalina, R.D. Ferron, M.C.G. Juenger, Critical assessment of rapid methods to qualify supplementary cementitious materials for use in concrete, *Cement Concr. Res.* 153 (2022).
- [13] R.T. Kusuma, R.B. Hiremath, P. Rajesh, B. Kumar, S. Renukappa, Sustainable transition towards biomass-based cement industry: a review, *Renewable Sustainable Energy Rev.* 163 (2022).
- [14] E. Benhelal, G. Zahedi, E. Shamsaei, A. Bahadori, Global strategies and potentials to curb CO₂ emissions in cement industry, *J. Clean. Prod.* 51 (2013) 142–161.
- [15] European Committee for Standardization, European Standard. EN 197-1. Cement - Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements, 2011.
- [16] J.M. Paris, J.G. Roessler, C.C. Ferraro, H.D. DeFord, T.G. Townsend, A review of waste products utilized as supplements to Portland cement in concrete, *J. Clean. Prod.* 121 (2016) 1–18.
- [17] S. Demis, J.G. Tapali, V.G. Papadakis, An investigation of the effectiveness of the utilization of biomass ashes as pozzolanic materials, *Construct. Build. Mater.* 68 (2014) 291–300.
- [18] S.V. Vassilev, D. Baxter, L.K. Andersen, C.G. Vassileva, An overview of the composition and application of biomass ash. Part 1. Phase-mineral and chemical composition and classification, *Fuel* 105 (2013) 40–76.
- [19] M.A. Munawar, A.H. Khoja, S.R. Naqvi, M.T. Mehran, M. Hassan, R. Liaquat, U. F. Dawood, Challenges and opportunities in biomass ash management and its utilization in novel applications, *Renewable Sustainable Energy Rev.* 150 (2021).
- [20] A.A. Bogush, J.A. Stegemann, R. Williams, I.G. Wood, Element speciation in UK biomass power plant residues based on composition, mineralogy, microstructure and leaching, *Fuel* 211 (2018) 712–725.
- [21] R.N. González-Kunz, P. Pineda, A. Bras, L. Morillas, Plant biomass ashes in cement-based building materials, Feasibility as eco-efficient structural mortars and grouts, *Sustainable Cities and Society* 31 (2017) 151–172.
- [22] S. Sakir, S.N. Raman, M. Safiuddin, A.B.M.A. Kaish, A.A. Mutalib, Utilization of by-products and wastes as supplementary cementitious materials in structural mortar for sustainable construction, *Sustainability* 12 (2020).
- [23] A.J. Saraber, Co-combustion and its impact on fly ash quality; full-scale experiments, *Fuel Process. Technol.* 128 (2014) 68–82.
- [24] H. Alghamdi, A review of cementitious alternatives within the development of environmental sustainability associated with cement replacement, *Environ. Sci. Pollut. Control Ser.* 29 (2022) 42433–42451.
- [25] H.J. Yang, M. Usman, A. Hanif, Suitability of liquid crystal display (LCD) glass waste as supplementary cementing material (SCM): assessment based on strength, porosity, and durability, *J. Build. Eng.* 42 (2021).
- [26] S. Ibrahim, A. Meawad, Towards green concrete: study the role of waste glass powder on cement/superplasticizer compatibility, *J. Build. Eng.* 47 (2022).
- [27] L.M. Federico, S.E. Chidiac, Waste glass as a supplementary cementitious material in concrete - critical review of treatment methods, *Cement Concr. Compos.* 31 (2009) 606–610.
- [28] M. Mirzahosseini, K.A. Riding, Influence of different particle sizes on reactivity of finely ground glass as supplementary cementitious material (SCM), *Cement Concr. Compos.* 56 (2015) 95–105.
- [29] Y.X. Shao, T. Lefort, S. Moras, D. Rodriguez, Studies on concrete containing ground waste glass, *Cement Concr. Res.* 30 (2000) 91–100.
- [30] A. Shayan, A.M. Xu, Value-added utilisation of waste glass in concrete, *Cement Concr. Res.* 34 (2004) 81–89.
- [31] C. Shi, K. Zheng, A review on the use of waste glasses in the production of cement and concrete, *Resour. Conserv. Recycl.* 52 (2007) 234–247.
- [32] J. Esmaili, A.O. Al-Mwanes, A review: properties of eco-friendly ultra-high-performance concrete incorporated with waste glass as a partial replacement for cement, *Mater. Today Proc.* 42 (2021) 1958–1965.
- [33] B. Cantero, I.F.S. del Bosque, A. Matias, M.I.S. de Rojas, C. Medina, Inclusion of construction and demolition waste as a coarse aggregate and a cement addition in structural concrete design, *Arch. Civ. Mech. Eng.* 19 (2019) 1338–1352.
- [34] R. Robayo-Salazar, W. Valencia-Saavedra, R.M. de Gutierrez, Recycling of concrete, ceramic, and masonry waste via alkaline activation: obtaining and characterization of hybrid cements, *J. Build. Eng.* 46 (2022).
- [35] Z. Ma, J. Shen, H. Wu, P. Zhang, Properties and activation modification of eco-friendly cementitious materials incorporating high-volume hydrated cement powder from construction waste, *Construct. Build. Mater.* (2022) 316.
- [36] D. Yang, M. Liu, Z. Zhang, P. Yao, Z. Ma, Properties and modification of sustainable foam concrete including eco-friendly recycled powder from concrete waste, *Case Stud. Constr. Mater.* 16 (2022).
- [37] M. Keppert, V. Davidova, B. Dousova, L. Scheinherrova, P. Reiterman, Recycling of fresh concrete slurry waste as supplementary cementing material: characterization, application and leaching of selected elements, *Construct. Build. Mater.* (2021) 300.
- [38] P. Jain, R. Gupta, S. Chaudhary, A literature review on the effect of using ceramic waste as supplementary cementitious material in cement composites on workability and compressive strength, *Mater. Today Proc.* 65 (2022) 871–876. Part 2.
- [39] I.F. Saez del Bosque, P. Van den Heede, N. De Belie, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Carbonation of concrete with construction and demolition waste

- based recycled aggregates and cement with recycled content, *Construct. Build. Mater.* (2020) 234.
- [40] X. He, Z. Zheng, J. Yang, Y. Su, T. Wang, B. Strnad, Feasibility of incorporating autoclaved aerated concrete waste for cement replacement in sustainable building materials, *J. Clean. Prod.* (2020) 250.
- [41] J. Moreno-Juez, I.J. Vegas, M. Frias Rojas, R. Vigil de la Villa, E. Guede-Vazquez, Laboratory-scale study and semi-industrial validation of viability of inorganic CDW fine fractions as SCMs in blended cements, *Construct. Build. Mater.* (2021) 271.
- [42] Y. Wu, C. Liu, H. Liu, H. Hu, C. He, L. Song, W. Huang, Pore structure and durability of green concrete containing recycled powder and recycled coarse aggregate, *J. Build. Eng.* 53 (2022).
- [43] H. Wu, C. Liang, C. Wang, Z. Ma, Properties of green mortar blended with waste concrete-brick powder at various components, replacement ratios and particle sizes, *Construct. Build. Mater.* (2022) 342.
- [44] R.V.d.l.V. Mencia, M.F. Rojas, S. Martinez-Ramirez, L. Fernandez-Carrasco, E. V. Cocina, R. Garcia-Gimenez, Reactivity of binary construction and demolition waste mix as supplementary cementitious materials, *Materials* 14 (2021).
- [45] X. Chen, D. Zhang, S. Cheng, X. Xu, C. Zhao, X. Wang, Q. Wu, X. Bai, Sustainable reuse of ceramic waste powder as a supplementary cementitious material in recycled aggregate concrete: mechanical properties, durability and microstructure assessment, *J. Build. Eng.* 52 (2022).
- [46] T.C.F. Oliveira, B.G.S. Dezen, E. Possan, Use of concrete fine fraction waste as a replacement of Portland cement, *J. Clean. Prod.* (2020) 273.
- [47] P.R. de Matos, R.D. Sakata, L. Ongheo, V.G. Uliano, J. de Brito, C.E.M. Campos, P.J.P. Gleize, Utilization of ceramic tile demolition waste as supplementary cementitious material: an early-age investigation, *J. Build. Eng.* 38 (2021).
- [48] M. Frias, R. Vigil de la Villa, S. Martinez-Ramirez, L. Fernandez-Carrasco, E. Villar-Cocina, R. Garcia-Gimenez, Multi-technique characterization of a fine fraction of CDW and assessment of reactivity in a CDW/lime system, *Minerals* 10 (2020).
- [49] L. Caneda-Martinez, M. Monasterio, J. Moreno-Juez, S. Martinez-Ramirez, R. Garcia, M. Frias, Behaviour and properties of eco-cement pastes elaborated with recycled concrete powder from construction and demolition wastes, *Materials* 14 (2021).
- [50] Y.J. Kim, Y.W. Choi, Utilization of waste concrete powder as a substitution material for cement, *Construct. Build. Mater.* 30 (2012) 500–504.
- [51] I. Arribas, I. Vegas, V. Garcia, R. Vigil de la Villa, S. Martinez-Ramirez, M. Frias, The deterioration and environmental impact of binary cements containing thermally activated coal mining waste due to calcium leaching, *J. Clean. Prod.* 183 (2018) 887–897.
- [52] J.M. Franco de Carvalho, T.V. de Melo, W.C. Fontes, J.O. dos Santos Batista, G. J. Brigolini, R.A. Fiorotti Peixoto, More eco-efficient concrete: an approach on optimization in the production and use of waste-based supplementary cementing materials, *Construct. Build. Mater.* 206 (2019) 397–409.
- [53] M. Galetakis, A. Soultana, A review on the utilisation of quarry and ornamental stone industry fine by-products in the construction sector, *Construct. Build. Mater.* 102 (2016) 769–781.
- [54] S. Al-Shmaisani, R. Kalina, M. Rung, R. Ferron, M. Juenger, Implementation of a Testing Protocol for Approving Alternative Supplementary Cementitious Materials (SCMs): Natural Minerals and Reclaimed and Remediated Fly Ashes, 2018.
- [55] G. Medina, I.F. Saez del Bosque, M. Frias, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Granite quarry waste as a future eco-efficient supplementary cementitious material (SCM): scientific and technical considerations, *J. Clean. Prod.* 148 (2017) 467–476.
- [56] G. Rojo-Lopez, S. Nunes, B. Gonzalez-Fonteboa, F. Martinez-Abella, Quaternary blends of portland cement, metakaolin, biomass ash and granite powder for production of self-compacting concrete, *J. Clean. Prod.* (2020) 266.
- [57] G. Li, X. Xu, E. Chen, J. Fan, G. Xiong, Properties of cement-based bricks with oyster-shells ash, *J. Clean. Prod.* 91 (2015) 279–287.
- [58] C. Medina, P.F.G. Banfill, M.I. Sanchez de Rojas, M. Frias, Rheological and calorimetric behaviour of cements blended with containing ceramic sanitary ware and construction/demolition waste, *Construct. Build. Mater.* 40 (2013) 822–831.
- [59] L. Reig, L. Soriano, M.V. Borrachero, J.M. Monzó, J. Payá, Potential Use of Ceramic Sanitary Ware Waste as Pozzolanic Material, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 2021.
- [60] A.M. Pitarch, L. Reig, A.E. Tomas, G. Forcada, L. Soriano, M.V. Borrachero, J. Paya, J.M. Monzo, Pozzolanic activity of tiles, bricks and ceramic sanitary-ware in eco-friendly Portland blended cements, *J. Clean. Prod.* 279 (2021).
- [61] S.D. Ingale, P.D. Nemade, An investigation on fresh state properties of cement paste and concrete with GGBS and waste paper sludge ash, *Mater. Today: Proc.* 65 (2022) 1237–1242. Part. 2.
- [62] F. Martirena, J. Monzo, Vegetable ashes as supplementary cementitious materials, *Cement Concr. Res.* 114 (2018) 57–64.
- [63] N.M. Khalil, E.M. Hassan, M.M.E. Shakhofa, M. Farahat, Beneficiation of the huge waste quantities of barley and rice husks as well as coal fly ashes as additives for Portland cement, *J. Ind. Eng. Chem.* 20 (2014) 2998–3008.
- [64] A. Font, L. Soriano, S.M. de Moraes Pinheiro, M.M. Tashima, J. Monzo, M. V. Borrachero, J. Paya, Design and properties of 100% waste-based ternary alkali-activated mortars: blast furnace slag, olive-stone biomass ash and rice husk ash, *J. Clean. Prod.* (2020) 243.
- [65] G. Wang, L. Shen, C. Sheng, Characterization of biomass ashes from power plants firing agricultural residues, *Energy Fuel.* 26 (2012) 102–111.
- [66] V. Sata, J. Tangpagasit, C. Jaturapitakkul, P. Chindaprasirt, Effect of W/B ratios on pozzolanic reaction of biomass ashes in Portland cement matrix, *Cement Concr. Compos.* 34 (2012) 94–100.
- [67] G. Athira, A. Bahurudeen, Rheological properties of cement paste blended with sugarcane bagasse ash and rice straw ash, *Construct. Build. Mater.* (2022) 332.
- [68] P. Jidrada, G. Sua-iam, B. Chatveera, N. Makul, Recycling of combined coal-biomass ash from electric power plant waste as a cementitious material: characteristics and improvement, *J. Mater. Cycles Waste Manag.* 18 (2016) 527–540.
- [69] Q.G. Feng, H. Yamamichi, M. Shoya, S. Sugita, Study on the pozzolanic properties of rice husk ash by hydrochloric acid pretreatment, *Cement Concr. Res.* 34 (2004) 521–526.
- [70] M. Harihanandh, K.R. Reddy, Study on durability of concrete by using rice husk as partial replacement of cement, *Mater. Today Proc.* 52 (2022) 1794–1799.
- [71] M. Frias, E. Villar, H. Savastano, Brazilian sugar cane bagasse ashes from the cogeneration industry as active pozzolans for cement manufacture, *Cement Concr. Compos.* 33 (2011) 490–496.
- [72] A. Tripathy, P.K. Acharya, Characterization of bagasse ash and its sustainable use in concrete as a supplementary binder-A review, *Construct. Build. Mater.* (2022) 322.
- [73] E.V. Morales, E. Villar-Cocina, M. Frias, S.F. Santos, H. Savastano Jr., Effects of calcining conditions on the microstructure of sugar cane waste ashes (SCWA): influence in the pozzolanic activation, *Cement Concr. Compos.* 31 (2009) 22–28.
- [74] G.C. Cordeiro, R.D. Toledo Filho, L.M. Tavares, E.d.M. Rego Fairbairn, Ultrafine grinding of sugar cane bagasse ash for application as pozzolanic admixture in concrete, *Cement Concr. Res.* 39 (2009) 110–115.
- [75] G.C. Cordeiro, K.E. Kurtis, Effect of mechanical processing on sugar cane bagasse ash pozzolanicity, *Cement Concr. Res.* 97 (2017) 41–49.
- [76] M.-C. Chi, Effects of sugar cane bagasse ash as a cement replacement on properties of mortars, *Sci. Eng. Compos. Mater.* 19 (2012) 279–285.
- [77] A. Joshaghani, M.A. Moeini, Evaluating the effects of sugar cane bagasse ash (SCBA) and nanosilica on the mechanical and durability properties of mortar, *Construct. Build. Mater.* 152 (2017) 818–831.
- [78] V. Jittin, A. Bahurudeen, Evaluation of rheological and durability characteristics of sugarcane bagasse ash and rice husk ash based binary and ternary cementitious system, *Construct. Build. Mater.* (2022) 317.
- [79] I. Saad Agwa, A.M. Zeyad, B.A. Tayeh, A. Adesina, A.R.G. de Azevedo, M. Amin, M. Hadzima-Nyarko, A comprehensive review on the use of sugarcane bagasse ash as a supplementary cementitious material to produce eco-friendly concretes, *Mater. Today: Proc.* 65 (2022) 688–696. Part. 2.
- [80] A. Akkarapongtrakul, P. Julphunthong, T. Nochaiya, Setting time and microstructure of Portland cement-bottom ash-sugarcane bagasse ash pastes, *Monatshfte Fur Chemie* 148 (2017) 1355–1362.
- [81] N. Wu, T. Ji, P. Huang, T. Fu, X. Zheng, Q. Xu, Use of sugar cane bagasse ash in ultra-high performance concrete (UHPC) as cement replacement, *Construct. Build. Mater.* (2022) 317.
- [82] I.F. Saez del Bosque, J.M. Medina, M. Frias, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Use of biomass-fired power plant bottom ash as an addition in new blended cements: effect on the structure of the C-S-H gel formed during hydration, *Construct. Build. Mater.* (2019) 228.
- [83] M. Samadi, G.F. Huseien, N.H.A.S. Lim, H. Mohammadhosseini, R. Alyousef, J. Mirza, A.B. Abd Rahman, Enhanced performance of nano-palm oil ash-based green mortar against sulphate environment, *J. Build. Eng.* 32 (2020).
- [84] A.N. Raut, C.P. Gomez, Thermal and mechanical performance of oil palm fiber reinforced mortar utilizing palm oil fly ash as a complementary binder, *Construct. Build. Mater.* 126 (2016) 476–483.
- [85] A.S.M.A. Awal, I.A. Shehu, Evaluation of heat of hydration of concrete containing high volume palm oil fuel ash, *Fuel* 105 (2013) 728–731.
- [86] E. Khankhaje, M.W. Hussin, J. Mirza, M. Rafeizoonooz, M.R. Salim, H.C. Siong, M. N.M. Warid, On blended cement and geopolymer concretes containing palm oil fuel ash, *Mater. Des.* 89 (2016) 385–398.
- [87] C. Fernandez-Pereira, J.A. de la Casa, A. Gomez-Barea, F. Arroyo, C. Leiva, Y. Luna, Application of biomass gasification fly ash for brick manufacturing, *Fuel* 90 (2011) 220–232.
- [88] M. Cabrera, A.P. Galvin, F. Agrela, M. Dolores Carvajal, J. Ayuso, Characterisation and technical feasibility of using biomass bottom ash for civil infrastructures, *Construct. Build. Mater.* 58 (2014) 234–244.
- [89] J. Cuenca, J. Rodriguez, M. Martin-Morales, Z. Sanchez-Roldan, M. Zamorano, Effects of olive residue biomass fly ash as filler in self-compacting concrete, *Construct. Build. Mater.* 40 (2013) 702–709.
- [90] J. Rosales, M. Cabrera, M.G. Beltran, M. Lopez, F. Agrela, Effects of treatments on biomass bottom ash applied to the manufacture of cement mortars, *J. Clean. Prod.* 154 (2017) 424–435.
- [91] E. Romero, M. Quirantes, R. Nogales, Characterization of biomass ashes produced at different temperatures from olive-oil-industry and greenhouse vegetable wastes, *Fuel* 208 (2017) 1–9.
- [92] B. Carrasco, N. Cruz, J. Terrados, F.A. Corpas, L. Perez, An evaluation of bottom ash from plant biomass as a replacement for cement in building blocks, *Fuel* 118 (2014) 272–280.
- [93] S.A. Memon, M.K. Khan, Ash blended cement composites: eco-friendly and sustainable option for utilization of corncob ash, *J. Clean. Prod.* 175 (2018) 442–455.
- [94] L. Soriano, A. Font, M.M. Tashima, J. Monzo, M. Victoria Borrachero, J. Paya, One-part blast furnace slag mortars activated with almond-shell biomass ash: a new 100% waste-based material, *Mater. Lett.* (2020) 272.

- [95] Y. Baran, H.S. Gokce, M. Durmaz, Physical and mechanical properties of cement containing regional hazelnut shell ash wastes, *J. Clean. Prod.* (2020) 259.
- [96] M.A. Caronge, M.W. Tjaronge, I.R. Rahim, R. Irmawaty, F.E.P. Lapijan, Feasibility study on the use of processed waste tea ash as cement replacement for sustainable concrete production, *J. Build. Eng.* 52 (2022).
- [97] L. Rodier, K. Bilba, C. Onesippe, M.A. Arsene, Study of pozzolanic activity of bamboo stem ashes for use as partial replacement of cement, *Mater. Struct.* (2017) 50.
- [98] E. Villar-Cocina, E. Valencia Morales, S.F. Santos, H. Savastano Jr., M. Frias, Pozzolanic behavior of bamboo leaf ash: characterization and determination of the kinetic parameters, *Cement Concr. Compos.* 33 (2011) 68–73.
- [99] C.M.A. Fontes, R.B. Silva, P.R.L. Lima, Characterization and effect of using bottom and fly ashes from Co-combustion of cocoa waste as mineral addition in concrete, *Waste and Biomass Valorization* 10 (2019) 223–233.
- [100] L. Tosti, A. van Zomerem, J.R. Pels, R.N.J. Comans, Technical and environmental performance of lower carbon footprint cement mortars containing biomass fly ash as a secondary cementitious material, *Resour. Conserv. Recycl.* 134 (2018) 25–33.
- [101] V.R.P. Kumar, K. Gunasekaran, T. Shyamala, Characterization study on coconut shell concrete with partial replacement of cement by GGBS, *J. Build. Eng.* 26 (2019).
- [102] N.M. Sigvardsen, G.M. Kirkelund, P.E. Jensen, M.R. Geiker, L.M. Ottosen, Impact of production parameters on physicochemical characteristics of wood ash for possible utilisation in cement-based materials, *Resour. Conserv. Recycl.* 145 (2019) 230–240.
- [103] R.P. Giron, B. Ruiz, E. Fuente, R.R. Gil, I. Suarez-Ruiz, Properties of fly ash from forest biomass combustion, *Fuel* 114 (2013) 71–77.
- [104] S.O. Amiamdamhen, S. Adamopoulos, B. Adl-Zarrabi, H. Yin, J. Noren, Recycling sawmilling wood chips, biomass combustion residues, and tyre fibres into cement-bonded composites: properties of composites and life cycle analysis, *Construct. Build. Mater.* (2021) 297.
- [105] R. Rajamma, L. Senff, M.J. Ribeiro, J.A. Labrincha, R.J. Ball, G.C. Allen, V. M. Ferreira, Biomass fly ash effect on fresh and hardened state properties of cement based materials, *Composites, Part B* 77 (2015) 1–9.
- [106] R.C.E. Modolo, T. Silva, L. Senff, L.A.C. Tarelho, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira, L. Silva, Bottom ash from biomass combustion in BFB and its use in adhesive-mortars, *Fuel Process. Technol.* 129 (2015) 192–202.
- [107] R. Rajamma, R.J. Ball, L.A.C. Tarelho, G.C. Allen, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira, Characterisation and use of biomass fly ash in cement-based materials, *J. Hazard Mater.* 172 (2009) 1049–1060.
- [108] I. Martinez-Lage, M. Velay-Lizancos, P. Vazquez-Burgo, M. Rivas-Fernandez, C. Vazquez-Herrero, A. Ramirez-Rodriguez, M. Martin-Cano, Concretes and mortars with waste paper industry: biomass ash and dregs, *J. Environ. Manag.* 181 (2016) 863–873.
- [109] B.A. Akinyemi, C. Dai, Development of banana fibers and wood bottom ash modified cement mortars, *Construct. Build. Mater.* (2020) 241.
- [110] M. Cabrera, J.L. Diaz-Lopez, F. Agrela, J. Rosales, Eco-efficient cement-based materials using biomass bottom ash: a review, *Applied Sciences-Basel* 10 (2020).
- [111] M. Ulewicz, J. Jura, Effect of fly and bottom ash mixture from combustion of biomass on strength of cement mortar, in: *Mineral Engineering Conference (MEC)*, 2017. Wisla, POLAND.
- [112] S. Maschio, G. Tonello, L. Piani, E. Furlani, Fly and bottom ashes from biomass combustion as cement replacing components in mortars production: rheological behaviour of the pastes and materials compression strength, *Chemosphere* 85 (2011) 666–671.
- [113] C.B. Farinha, J. de Brito, R. Veiga, Influence of forest biomass bottom ashes on the fresh, water and mechanical behaviour of cement-based mortars, *Resour. Conserv. Recycl.* 149 (2019) 750–759.
- [114] T. Ramos, A.M. Matos, J. Sousa-Coutinho, Strength and durability of mortar using cork waste ash as cement replacement, *Materials Research-Ibero-American Journal of Materials* 17 (2014) 893–907.
- [115] X. Wirth, D. Benkeser, N.N.N. Yeboah, C.R. Shearer, K.E. Kurtis, S.E. Burns, Evaluation of alternative fly ashes as supplementary cementitious materials, *ACI Mater. J.* 116 (2019) 69–77.
- [116] M. Wyrzykowski, S. Ghourchian, S. Sinthupinyo, N. Chitvoranund, T. Chintana, P. Lura, Internal curing of high performance mortars with bottom ash, *Cement Concr. Compos.* 71 (2016) 1–9.
- [117] D. Nagrockiene, A. Daugela, Investigation into the properties of concrete modified with biomass combustion fly ash, *Construct. Build. Mater.* 174 (2018) 369–375.
- [118] M.G. Beltran, F. Agrela, A. Barbudo, J. Ayuso, A. Ramirez, Mechanical and durability properties of concretes manufactured with biomass bottom ash and recycled coarse aggregates, *Construct. Build. Mater.* 72 (2014) 231–238.
- [119] M.G. Beltran, A. Barbudo, F. Agrela, J. Ramon Jimenez, J. de Brito, Mechanical performance of bedding mortars made with olive biomass bottom ash, *Construct. Build. Mater.* 112 (2016) 699–707.
- [120] T. Ramos, A.M. Matos, J. Sousa-Coutinho, Mortar with wood waste ash: mechanical strength carbonation resistance and ASR expansion, *Construct. Build. Mater.* 49 (2013) 343–351.
- [121] A.B. Ayobami, Performance of wood bottom ash in cement-based applications and comparison with other selected ashes: overview, *Resour. Conserv. Recycl.* (2021) 166.
- [122] C.B. Farinha, J. de Brito, R. Veiga, Rendering mortars with low sand and cement content. Incorporation of sanitary ware waste and forest biomass ashes, *Applied Sciences-Basel* 10 (2020).
- [123] M. Berra, T. Mangialardi, A.E. Paolini, Reuse of woody biomass fly ash in cement-based materials, *Construct. Build. Mater.* 76 (2015) 286–296.
- [124] M.d.L. Garcia, J. Sousa-Coutinho, Strength and durability of cement with forest waste bottom ash, *Construct. Build. Mater.* 41 (2013) 897–910.
- [125] C.C. Ban, M. Ramli, The implementation of wood waste ash as a partial cement replacement material in the production of structural grade concrete and mortar: an overview, *Resour. Conserv. Recycl.* 55 (2011) 669–685.
- [126] B. Meko, J.O. Ighalo, Utilization of Cordia Africana wood sawdust ash as partial cement replacement in C 25 concrete, *Cleaner Materials* 1 (2021), 100012.
- [127] V. Sklivaniti, P.E. Tsakiridis, N.S. Katsiotis, D. Velissariou, N. Pistofidis, D. Papageorgiou, M. Beazi, Valorisation of woody biomass bottom ash in Portland cement: a characterization and hydration study, *J. Environ. Chem. Eng.* 5 (2017) 205–213.
- [128] M. Pavlikova, L. Zemanova, J. Pokorny, M. Zaleska, O. Jankovsky, M. Lojka, D. Sedmidubsky, Z. Pavlik, Valorization of wood chips ash as an eco-friendly mineral admixture in mortar mix design, *Waste Manag.* 80 (2018) 89–100.
- [129] J.M. Medina, I.F. Saez del Bosque, M. Frias, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Characterisation and valorisation of biomass waste as a possible addition in eco-cement design, *Mater. Struct.* (2017) 50.
- [130] I. Carevic, M. Serdar, N. Stirmer, N. Ukrainczyk, Preliminary screening of wood biomass ashes for partial resources replacements in cementitious materials, *J. Clean. Prod.* 229 (2019) 1045–1064.
- [131] A.U. Elinwa, Y.A. Mahmood, Ash from timber waste as cement replacement material, *Cement Concr. Compos.* 24 (2002) 219–222.
- [132] M. Abdullahi, Characteristics of wood ash/OPC concrete, *Leonardo Electron. J. Pract. Technol.* 8 (2006).
- [133] C.B. Cheah, M. Ramli, Mechanical strength, durability and drying shrinkage of structural mortar containing HCWA as partial replacement of cement, *Construct. Build. Mater.* 30 (2012) 320–329.
- [134] M. Garcia, J. Sousa coutinho, Wood ash from forest waste for partial cement replacement in mortars, *Indian Concr. J.* 82 (2008) 39–48.
- [135] J.M. Medina, I.F. Saez del Bosque, M. Frias, M.I. Sanchez de Rojas, C. Medina, Durability of new blended cements added with recycled biomass bottom ASH from electric power plants, *Construct. Build. Mater.* 225 (2019) 429–440.
- [136] J. Fort, J. Sal, R. Sevcik, M. Dolezelova, M. Keppert, M. Jerman, M. Zaleska, V. Stehel, R. Cerny, Biomass fly ash as an alternative to coal fly ash in blended cements: functional aspects, *Construct. Build. Mater.* (2021) 271.
- [137] K.W. Kim, K.T. Park, F. Ates, H.G. Kim, B.-H. Woo, Effect of pretreated biomass fly ash on the mechanical properties and durability of cement mortar, *Case Stud. Constr. Mater.* 18 (2023), e01754.
- [138] Z. Chang, G. Long, Y. Xie, J.L. Zhou, Recycling sewage sludge ash and limestone for sustainable cementitious material production, *J. Build. Eng.* 49 (2022).
- [139] S.D.C. Gomes, J.L. Zhou, X. Zeng, G. Long, Water treatment sludge conversion to biochar as cementitious material in cement composite, *J. Environ. Manag.* 306 (2022).
- [140] Z. Pavlik, J. Fort, M. Zaleska, M. Pavlikova, A. Trnik, I. Medved, M. Keppert, P. G. Koutsoukos, R. Cerny, Energy-efficient thermal treatment of sewage sludge for its application in blended cements, *J. Clean. Prod.* 112 (2016) 409–419.
- [141] J. Monzo, J. Paya, M.V. Borrachero, I. Girbes, Reuse of sewage sludge ashes (SSA) in cement mixtures: the effect of SSA on the workability of cement mortars, *Waste Manag.* 23 (2003) 373–381.
- [142] E.Y. Nakanishi, M. Frias, S. Martinez-Ramirez, S.F. Santos, M.S. Rodrigues, O. Rodriguez, H. Savastano Jr., Characterization and properties of elephant grass ashes as supplementary cementing material in pozzolan/Ca(OH)₂ pastes, *Construct. Build. Mater.* 73 (2014) 391–398.
- [143] I.F. Sáez del Bosque, M.I. Sánchez de Rojas, E. Asensio, M. Frías, C. Medina, 9 - industrial waste from biomass-fired electric power plants as alternative pozzolanic material, in: J. de Brito, C. Thomas, C. Medina, F. Agrela (Eds.), *Waste and Byproducts in Cement-Based Materials*, Woodhead Publishing, 2021, pp. 243–282.
- [144] European Commission, Brief on biomass for energy in the European Union, in: *European Commission's Knowledge Centre for Bioeconomy*, 2019, p. 8. Brussels.
- [145] EUROSTAT, Waste Generation by Economic Activities and Households, 2022.
- [146] EUROSTAT, Generation of Waste by Waste Category, hazardoussness and NACE Rev. 2 activity, 2022.
- [147] Interreg Europe, Collection and Recycling of Construction and Demolition Waste, 2022.
- [148] F. Agrela, M. Sánchez de Juan, J. Ayuso, V.L. Galdes, J.R. Jiménez, Limiting properties in the characterisation of mixed recycled aggregates for use in the manufacture of concrete, *Construct. Build. Mater.* 25 (2011) 3950–3955.
- [149] P. Velardo, I.F. Sáez del Bosque, A. Matías, M.I. Sánchez de Rojas, C. Medina, Properties of concretes bearing mixed recycled aggregate with polymer-modified surfaces, *J. Build. Eng.* 38 (2021), 102211.
- [150] P. Velardo, I.F.S. del Bosque, M.I.S. de Rojas, N. De Belie, C. Medina, Durability of concrete bearing polymer-treated mixed recycled aggregate, *Construct. Build. Mater.* (2022) 315.
- [151] C. Medina, W. Zhu, T. Howind, M.I. Sanchez de Rojas, M. Frias, Influence of mixed recycled aggregate on the physical - mechanical properties of recycled concrete, *J. Clean. Prod.* 68 (2014) 216–225.
- [152] C. Zheng, C. Lou, G. Du, X. Li, Z. Liu, L. Li, Mechanical properties of recycled concrete with demolished waste concrete aggregate and clay brick aggregate, *Results Phys.* 9 (2018) 1317–1322.
- [153] B. Cantero, I.F. Sáez del Bosque, A. Matías, C. Medina, Statistically significant effects of mixed recycled aggregate on the physical-mechanical properties of structural concretes, *Construct. Build. Mater.* 185 (2018) 93–101.
- [154] W. De Muynck, N. De Belie, W. Verstraete, Microbial carbonate precipitation in construction materials: a review, *Ecol. Eng.* 36 (2010) 118–136.

- [155] V. Corinaldesi, Mechanical behavior of masonry assemblages manufactured with recycled-aggregate mortars, *Cement Concr. Compos.* 31 (2009) 505–510.
- [156] E.F. Ledesma, J.R. Jimenez, J.M. Fernandez, A.P. Galvin, F. Agrela, A. Barbudo, Properties of masonry mortars manufactured with fine recycled concrete aggregates, *Construct. Build. Mater.* 71 (2014) 289–298.
- [157] V. Corinaldesi, G. Moriconi, Behaviour of cementitious mortars containing different kinds of recycled aggregate, *Construct. Build. Mater.* 23 (2009) 289–294.
- [158] S. Kox, G. Vanroelen, J. Van Herck, H. de Krem, B. Vandoren, Experimental evaluation of the high-grade properties of recycled concrete aggregates and their application in concrete road pavement construction, *Case Stud. Constr. Mater.* (2019) 11.
- [159] H. Zhao, W.C. Yang, Y. Ge, P.H. Liu, D.C. Zhang, Effect of recycled aggregate on the properties of road base materials, *Proceedings of the Sixth International Conference on Transportation Engineering (2019)* 796–802. *ICTE 2019*.
- [160] T. Yilmaz, B. Ercikdi, H. Deveci, Utilisation of construction and demolition waste as cemented paste backfill material for underground mine openings, *J. Environ. Manag.* 222 (2018) 250–259.
- [161] M. Contreras, S.R. Teixeira, M.C. Lucas, L.C.N. Lima, D.S.L. Cardoso, G.A.C. da Silva, G.C. Gregorio, A.E. de Souza, A. dos Santos, Recycling of construction and demolition waste for producing new construction material (Brazil case-study), *Construct. Build. Mater.* 123 (2016) 594–600.
- [162] H. Krour, R. Trauchessec, A. Lecomte, C. Diliberto, L. Barnes-Davin, B. Bolze, A. Delhay, Incorporation rate of recycled aggregates in cement raw meals, *Construct. Build. Mater.* (2020) 248.
- [163] B. Cantero, M. Bravo, J. de Brito, I.F.S. del Bosque, C. Medina, Thermal performance of concrete with recycled concrete powder as partial cement replacement and recycled CDW aggregate, *Applied Sciences-Basel* 10 (2020).
- [164] B. Cantero, M. Bravo, J. de Brito, I.F.S. del Bosque, C. Medina, Water transport and shrinkage in concrete made with ground recycled concrete-added cement and mixed recycled aggregate, *Cement Concr. Compos.* 118 (2021).
- [165] E. Asensio, C. Medina, M. Frias, M.I.S. de Rojas, Characterization of ceramic-based construction and demolition waste: use as pozzolan in cements, *J. Am. Ceram. Soc.* 99 (2016) 4121–4127.
- [166] M. Rosales, J. Rosales, F. Agrela, M.I. Sánchez de Rojas, M. Cabrera, Design of a new eco-hybrid cement for concrete pavement, made with processed mixed recycled aggregates and olive biomass bottom ash as supplementary cement materials, *Construct. Build. Mater.* 358 (2022), 129417.
- [167] European Committee for Standardization, European Standard. EN 196-1. Methods of Testing Cement - Part 1, Determination of strength, 2018.
- [168] B.C. Chaparro, I.F.S. del Bosque, A.M. Sanchez, M.I.S. de Rojas, C. Medina, Effect of recycled aggregate on performance of granular skeleton, *ACI Mater. J.* 117 (2020) 113–124.
- [169] European Committee for Standardization, European Standard. EN 196-5. Methods of Testing Cement - Part 5, Pozzolanicity test for pozzolanic cement, 2011.
- [170] C. Medina, I.F.S. del Bosque, E. Asensio, M. Frias, M.I.S. de Rojas, Mineralogy and microstructure of hydrated phases during the pozzolanic reaction in the sanitary ware waste/Ca(OH)₂ system, *J. Am. Ceram. Soc.* 99 (2016) 340–348.
- [171] European Committee for Standardization, European Standard. EN 450-1. Fly Ash for Concrete - Part 1: Definition, specifications and conformity criteria, 2013.
- [172] ASTM International, ASTM C618 Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete, 2022.
- [173] European Committee for Standardization, European Standard. EN 196-3. Methods of Testing Cement - Part 3, Determination of setting times and soundness, 2017.
- [174] European Committee for Standardization, European Standard. EN 1015-3. Methods of Test for Mortar for Masonry - Part 3: Determination of Consistence of Fresh Mortar, 2000 (by flow table).
- [175] L.J.R. Nunes, J.C.O. Matias, J.P.S. Catalao, Biomass combustion systems: a review on the physical and chemical properties of the ashes, *Renewable Sustainable Energy Rev.* 53 (2016) 235–242.
- [176] A. Magdziarz, A.K. Dalai, J.A. Kozinski, Chemical composition, character and reactivity of renewable fuel ashes, *Fuel* 176 (2016) 135–145.
- [177] S.C. Angulo, C. Ulsen, V.M. John, H. Kahn, M.A. Cincotto, Chemical-mineralogical characterization of C&D waste recycled aggregates from Sao Paulo, Brazil, *Waste Manag.* 29 (2009) 721–730.
- [178] ASTM International, ASTM C618 Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete, 2019.
- [179] M.C.G. Juenger, R. Siddique, Recent advances in understanding the role of supplementary cementitious materials in concrete, *Cement Concr. Res.* 78 (2015) 71–80.
- [180] E. Asensio, C. Medina, M. Frias, M.I. Sánchez de Rojas, Fired clay-based construction and demolition waste as pozzolanic addition in cements. Design of new eco-efficient cements, *J. Clean. Prod.* 265 (2020), 121610.
- [181] M. Frias, H. Savastano, E. Villar, M. Isabel Sanchez de Rojas, S. Santos, Characterization and properties of blended cement matrices containing activated bamboo leaf wastes, *Cement Concr. Compos.* 34 (2012) 1019–1023.
- [182] L. Li, W. Liu, Q. You, M. Chen, Q. Zeng, Waste ceramic powder as a pozzolanic supplementary filler of cement for developing sustainable building materials, *J. Clean. Prod.* 259 (2020).
- [183] P.C. Hewlett, *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*, fourth ed. ed., 1998. London.
- [184] A.M. Neville, *Properties of Concrete*, Longman Scientific & Technical John Wiley & Sons, Harlow (New York), 2008.
- [185] S. Diamond, Cement paste microstructure: an overview at several levels, in: 7th Congr. Hydraulic Cement Pastes: Their Structure and Properties, Slefliel, 1976, pp. 2–30.