

Étude des mécanismes de régénération de l'hydraulicité de bétons recyclés dans le cadre d'une approche d'économie circulaire

ABIDAR Abdellatif

ESTP Grande école d'ingénieurs de la construction

RESUME Le béton, matériau incontournable de la construction moderne, génère une importante quantité de déchets lors de la démolition des bâtiments en fin de vie. Cette problématique de gestion des déchets de construction appelle des solutions durables, notamment le recyclage du béton. Cette démarche réduit les déchets en décharge, préserve les ressources naturelles et encourage une construction durable.

Cette thèse explore le recyclage du béton dans une approche d'économie circulaire, en se concentrant sur la régénération des propriétés hydrauliques des matériaux cimentaires. L'étude, structurée en trois étapes, examine d'abord une phase pure de C_3S , puis le ciment Portland, et enfin les bétons recyclés, afin de comprendre les mécanismes de cette régénération. Le processus proposé repose sur un traitement thermique des poudres de matériaux cimentaires, à des températures de 400 à 800 °C. Des techniques telles que la RMN ^{29}Si et la DRX ont permis d'étudier les mécanismes de régénération.

Les traitements thermiques appliqués aux différentes phases à partir de 600 °C ont révélé la formation de Bélite. Plus précisément, le polymorphe β - C_2S s'est formé dans le cas de la phase pure, tandis que les polymorphes α' - C_2S et β - C_2S se sont formés dans le cas de la pâte de ciment Portland. Les traitements thermiques appliqués sur les bétons de retour et de déconstruction ont révélé des mécanismes similaires, avec la formation de Bélite observée à partir de 700 °C. Ces découvertes ont été confirmées par la DRX et la spectroscopie RMN ^{29}Si , cette dernière ayant également montré que les C-S-H sont complètement décomposés à 600 °C.

Mots-clefs Recyclage du béton, économie circulaire, régénération de l'hydraulicité.

I. INTRODUCTION

Le développement durable représente un enjeu majeur pour les matériaux de construction, en raison de leur contribution importante aux émissions de CO_2 , à la consommation énergétique, à l'utilisation intensive de matières premières et à la production de déchets.

Dans ce contexte, le recyclage des bétons constitue une solution prometteuse pour réduire l'impact environnemental. Les granulats recyclés peuvent être utilisés dans la fabrication de nouveaux bétons (Pandurangan et al., 2016) ou comme matériaux pour la construction de chaussées (Agrela

et al., 2012). Toutefois, des traitements supplémentaires sont souvent nécessaires pour améliorer leurs propriétés et assurer leur performance.

Parmi les stratégies explorées, la réutilisation des fines de béton recyclé (Silva et al., 2019) représente une alternative intéressante. Ces fines peuvent être valorisées comme matière première pour la fabrication de clinker, comme ajout cimentaire ou comme liant hydraulique.

Cependant, le recyclage industriel de ces matériaux reste encore limité, notamment pour les fractions les plus fines. En particulier, la poudre fine inférieure à 1 mm, produite durant le processus de recyclage et principalement constituée de pâte de ciment durcie et non hydratée, n'est généralement pas valorisée dans les installations industrielles actuelles (Katz and Kulisch, 2017; Kwon et al., 2015). Récemment, la restauration de l'hydraulicité des matériaux cimentaires par activation thermique a été étudiée comme une méthode de production de nouveaux liants hydrauliques. La réversibilité de l'hydratation est observée depuis longtemps dans des études portant sur le comportement des structures en béton après un incendie (Poon et al., 2001). La reprise de résistance ne peut pas être expliquée uniquement par la présence de particules de ciment non hydratées dans la pâte hydratée.

Les études sur le traitement thermique du ciment et du béton recyclé révèlent une divergence quant aux polymorphes de C_2S formés. Certains travaux indiquent la formation majoritaire de la phase α' - C_2S à des températures intermédiaires, tandis que d'autres observent principalement la β - C_2S dès 500 °C ou après 800 °C. D'autres recherches mentionnent également la présence de phases telles que α' - $H-C_2S$, γ - C_2S ou α' - $L-C_2S$. Ces divergences montrent qu'il n'y a pas de consensus clair sur le ou les polymorphes prédominants, suggérant que leur formation dépend de plusieurs facteurs encore débattus dans la littérature (Carriço et al., 2020a, 2020b; Real et al., 2020).

C'est dans ce contexte que s'inscrit la présente étude, qui vise à mieux comprendre le mécanisme de régénération de l'hydraulicité des fines de bétons recyclés. Pour ce faire, nous analyserons d'abord le processus de déshydratation des phases pures, telles que le C_3S hydraté, principal composé des ciments, à travers des traitements thermiques à différentes températures. Une fois les mécanismes de déshydratation maîtrisés, nous étudierons un ciment témoin dont la composition chimique et minéralogique est bien définie, avant d'aborder un matériau plus complexe intégrant des phases supplémentaires au-delà de la pâte de ciment durcie. Diverses techniques, comme la DRX, l'IR, la RMN, la MEB, la calorimétrie et la fluorescence X, ont été utilisées pour caractériser ces mécanismes. Cet article se concentre sur deux techniques d'analyse particulièrement intéressantes : la diffraction des rayons X (DRX) et la résonance magnétique nucléaire (RMN), dont les résultats sont présentés et discutés en détail.

II. Matériaux et méthodes

A. Les matériaux

Dans la première phase de notre étude, nous avons utilisé un C_3S pur synthétisé par Lafarge Holcim. Pour la seconde phase, nous avons opté pour l'utilisation d'un ciment Portland de type « CEM I 52.5 N CE CP2 NF Holcim ».

Enfin, pour la dernière phase, nous avons employé des granulats issus de bétons de retour (BR) et de déconstruction (BD), de classe granulométrique 0/4, provenant respectivement des installations de Lafarge situées à Saint-Fons et à Petit-Craz.

Les compositions chimiques des différents matériaux, déterminées par fluorescence X (FRX), sont présentées dans le TABLEAU 1 ci-dessous.

TABLEAU 1. Composition chimique des matériaux utilisés (% massique)

	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	F ₂ O ₃	SO ₃	MgO	K ₂ O	TiO ₂	Cl	MnO	SrO	P ₂ O ₅
C ₃ S	80.38	19.17	-	-	0.06	-	0.12	-	0.08	-	-	0.13
CEM I	68.48	15.16	3.88	3.59	4.99	1.55	1.28	-	-	-	-	0.30
BR	50.77	37.07	4.88	2.45	1.22	1.70	1.44	0.35	0.06	0.07	0.08	-
BD	37.97	48.81	5.54	2.66	1.00	1.60	1.67	0.33	0.06	0.13	0.08	-

B. Méthodes expérimentales

Le processus débute par la préparation de la matière première, consistant à concasser les deux types de bétons et les pâtes préalablement préparées (pâte de C₃S : PP et de CEM I : PC), suivie d'un tamisage à 125 µm.

- Le C₃S pur mélangée à de l'eau selon un rapport eau/liant (w/b) de 0,6 pour garantir une hydratation maximale. Le mélange est homogénéisé mécaniquement à l'aide d'un agitateur, puis coulé dans des moules en silicone de dimensions cubiques (20 mm × 20 mm × 20 mm). Après 24 heures, les cubes sont démoulés et immergés dans de l'eau à 20 °C pour durcir pendant 28 jours.
- Pour la préparation des pâtes de ciment, un rapport eau/ciment de 0,5 est utilisé. La pâte est coulée dans des moules en polystyrène de 40 cm × 40 cm × 160 cm. Après 24 heures de durcissement, les moules sont démoulés et les échantillons immergés dans de l'eau à 20 °C pendant 28 jours.
- Une fois le durcissement terminé, les cubes de pâte de C₃S et les prismes de pâte de ciment sont séchés à 50 °C pendant 48 heures. Les pâtes de ciment sont d'abord fragmentées, puis concassées à plusieurs reprises, tout comme les bétons recyclés, à l'aide d'un concasseur, avec une réduction progressive de l'ouverture de la mâchoire de 10 mm à 0,5 mm. Les produits obtenus sont tamisés à une granulométrie de 125 µm. Les refus de tamis sont systématiquement concassés à nouveau afin de maximiser la quantité de produit passant à travers le tamis.

La deuxième étape consiste en un traitement thermique des poudres de béton recyclé ainsi que des deux types de pâtes (C₃S et ciment) à différentes températures (400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C et 800 °C) pendant une heure dans un four électrique, suivi d'un refroidissement à l'air ambiant (sans qu'aucune trempé ne soit appliquée). Le temps de traitement débute après un préchauffage d'environ 20 minutes à la température cible. Un thermomètre infrarouge est utilisé en continu pour surveiller les températures à la surface et à l'intérieur des creusets rectangulaire, et la température finale mesurée est à ± 15 °C de la température cible.

C. Méthodes de caractérisation physico-chimique

La composition chimique des matières premières est déterminée à l'aide du spectromètre de fluorescence X "Bruker S2 Ranger". Pour identifier les phases cristallines des échantillons anhydres et hydratés, le diffractomètre à rayons X "Bruker Phaser D2" est utilisé. Ce dernier fonctionne avec un rayonnement $\text{CuK}\alpha$, sous une tension de 30 kV et un courant de 10 mA. Le balayage des échantillons est effectué dans une plage de 5 à 70° 2 θ , avec un pas de 0,02° et un temps de mesure par pas de 0,2 seconde.

L'analyse des diffractogrammes de diffraction des rayons X est réalisée à l'aide du logiciel DIFFRAC.EVA de Bruker, en se référant à la base de données ICDD PDF-4 (International Center of Diffraction Data).

Les spectres RMN à angle magique (MAS) du ^{29}Si ont été acquis à l'aide d'un spectromètre Bruker NEO 300 MHz avec des rotors de 7 mm. La fréquence de rotation MAS a été fixée à 5 kHz. L'excitation a été réalisée par une impulsion unique de type $\pi/2$, et une décorrélation ^1H a été appliquée pendant l'acquisition. Contrairement aux autres échantillons étudiés, le C_3S pur ne contient pas d'atomes d'hydrogène.

Le temps de répétition entre les scans a été fixé à 20 ou 30 secondes, après vérification de l'exactitude des intensités relatives des pics. Les spectres ont été référencés au tétraméthylsilane (TMS) à 0 ppm.

III. Résultats et discussions

A. Caractérisation par la Diffraction des rayons X

Les diffractogrammes obtenus après les traitements thermiques révèlent plusieurs modifications des produits, comme illustré dans la FIGURE 1.

À 400 °C, les diffractogrammes de la pâte de ciment et de la pâte de C_3S traitées à cette température (PC400 et PP400) présentent de légères différences par rapport à ceux des pâtes initiales de ciment et de C_3S . Les pics caractéristiques de l'Ettringite (PDF # 04-011-5267) dans la pâte de ciment disparaissent. À cette température, une légère augmentation des pics de Calcite selon PDF # 00-001-0837 est observée dans les deux pâtes après le traitement thermique. Cette augmentation pourrait indiquer une carbonatation, probablement résultant de la réaction de la Portlandite avec le CO_2 présent dans l'air, selon la réaction suivante :



Les diffractogrammes PC500 et PP500, obtenus après un traitement thermique à 500 °C, révèlent une augmentation de l'intensité des pics de Calcite, indiquant une carbonatation continue pendant les traitements thermiques (Song et al., 2018). De plus, on observe la disparition des pics associés à la Portlandite dans le cas du PP500 et l'émergence de pics d'oxyde de calcium selon PDF # 00-004-0777, résultant de la déshydroxylation de la Portlandite à cette température. Ce phénomène est particulièrement notable dans la plage de températures située entre 400 et 500 °C. On observe également l'apparition de la Brownmillerite à partir de 500 °C, comme montré par le diffractogramme PC500.

À partir de 600 °C, comme le montrent les diffractogrammes du PP600 et du PC600, on constate une augmentation significative de l'intensité des pics liés à l'oxyde de calcium.

Dans le produit PC600, de nouveaux pics apparaissent dans la plage 2θ de 30 à 34°, pouvant être attribués à la formation d'une nouvelle phase bélitique, α' -C₂S selon le PDF # 04-012-6734 sans qu'il soit possible de distinguer s'il s'agit de la variante α'_H ou α'_L . Dans l'autre cas, le diffractogramme du PP600 a révélé la formation d'une seule phase bélitique, β -C₂S selon PDF # 01-083-0460.

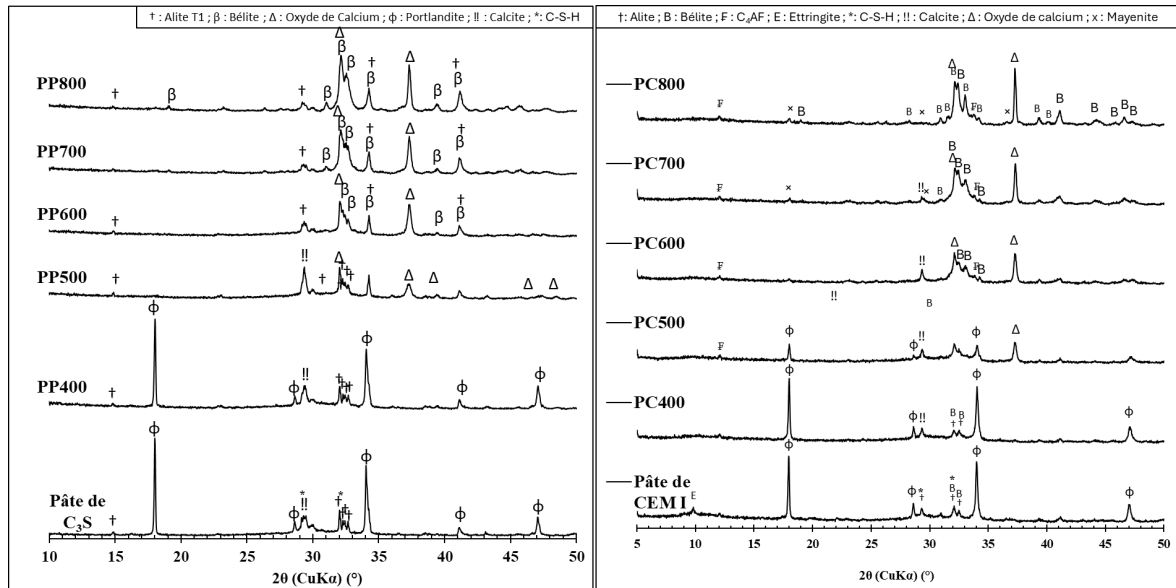


FIGURE 1. Diffractogrammes des différentes pâtes après traitements thermiques à diverses températures.

(à gauche : pâte de C₃S ; à droite : pâte de CEM I)

Une augmentation de l'intensité des pics associés aux phases bélitiques et à l'oxyde de calcium est observée, tandis que les pics de Calcite diminuent considérablement en raison de la décarbonatation du CaCO₃, qui commence à partir de 700 °C. À cette température, un nouvel aluminat de calcium, la Mayénite (Ca₁₂Al₁₄O₃₃), se forme.

Lorsqu'un traitement thermique à 800 °C est appliqué aux pâtes, la disparition de la Calcite est confirmée par l'absence de son pic dans les diffractogrammes PP800 et PC800. Les pics liés à la phase bélitique présentent également une augmentation notable de leur intensité à cette température.

La FIGURE 2 présente les diffractogrammes du PP800 et du PC800, servant de base à l'analyse des différences observées dans la plage de 30 à 35°.

En comparant les diffractogrammes du PP800 et du PC800 dans la plage de 30 à 35° (FIGURE 2), des différences significatives sont observées. Notamment, les pics à 31.7° et 33.1° apparaissent dans le diffractogramme du PC800 mais sont absents dans celui du PP800, confirmant la formation de deux polymorphes distincts pour PC800. Ces résultats indiquent qu'un traitement thermique appliqué à une pâte pure conduit à la formation d'un seul polymorphe, le β -C₂S, comme en témoigne l'apparition de son pic distinctif à 34.25°. En revanche, lorsque le traitement est appliqué à une phase plus complexe contenant d'autres composés que le C₃S, deux polymorphes distincts (β -C₂S et α'_H -C₂S) sont observés. Cette disparité suggère que la présence d'impuretés favorise la formation du polymorphe α'_H -C₂S.

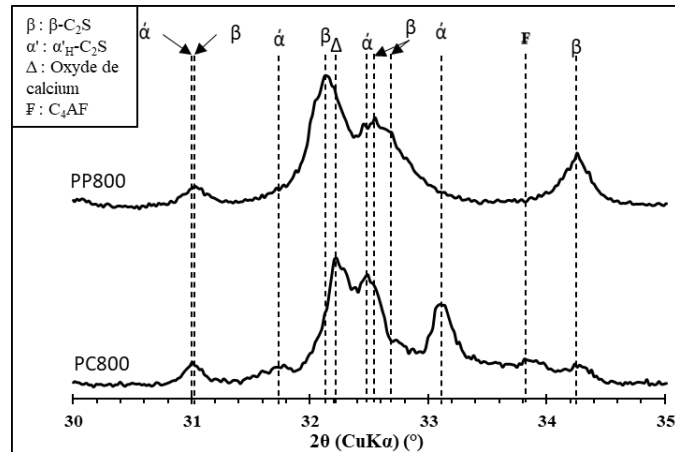


FIGURE 2. Vue détaillée de la plage 30-35° des liants produits à partir des pâtes de C₃S (PP800) et des pâtes de ciment Portland (CEM I) traitées à 800 °C (PC800).

Des analyses par diffraction des rayons X (DRX) ont été effectuées sur la poudre de béton recyclé provenant à la fois du béton de retour (BRNT) et du béton de déconstruction (BDNT), avant et après traitement thermique sont présentés dans la FIGURE 3. Les analyses DRX montrent des similitudes, notamment avec des minéraux dominants tels que la calcite et le quartz, associés à des pics d'intensité élevée. Le quartz provient du sable siliceux et des gravillons, tandis que la calcite résulte des granulats silico-calcaires ou de la carbonatation du ciment. Une différence notable réside dans la présence de Portlandite dans le BRNT, absente dans le BDNT. Ce qui indique probablement une carbonatation complète du béton de déconstruction, contrairement au béton de retour.

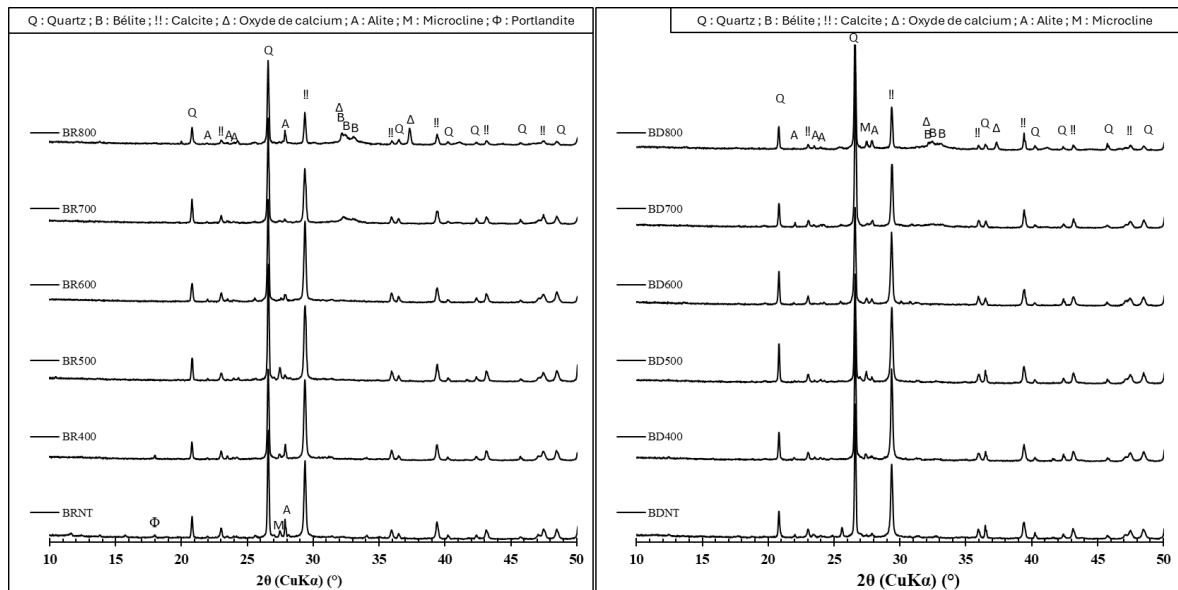


FIGURE 3. Diffractogrammes des différents bétons après traitements thermiques à diverses températures.

(à gauche : Béton de retour ; à droite : béton de déconstruction)

Le diffractogramme du béton de retour traité à 500 °C montre la disparition complète du pic de la Portlandite, qui n'était pas présente initialement dans le béton de déconstruction (BDNT). Cette disparition est le signe d'une réaction de déshydroxylation de la Portlandite, où ce dernier se

décompose sous l'effet de la chaleur (Castellote et al., 2004). Par ailleurs, une légère diminution de la Calcite à partir de 700 °C, due à la décarbonatation, a été remarquée dans les deux cas. Lorsqu'un traitement thermique est appliqué à 700 °C, une bosse apparaît entre 30 et 35°, correspondant à la formation de la Bélite, résultat de la décomposition des C-S-H (Real et al., 2020). Cette bosse est plus prononcée dans le cas du béton recyclé que dans celui du béton de déconstruction, ce qui pourrait être attribuable à la quantité de matière régénérée à cette température.

À 800 °C, la bosse se résout en pics qui augmentent en intensité, et elle est accompagnée de la formation de chaux libre. Comme démontré dans la FIGURE 3, le polymorphe formé dans les deux cas est l' α' -C₂S. L'absence de pics correspondant au polymorphe β -C₂S pourrait s'expliquer par sa taille nanométrique, ce qui entraîne l'apparition d'une bosse dans la plage de 30 à 35°.

Ces résultats confirment que les mêmes mécanismes observés lors du traitement des pâtes de ciment, qui se produisent également dans les bétons recyclés, entraînent la formation du polymorphe α' -C₂S. La principale différence concerne la température de formation du C₂S, qui s'élève à 700 °C dans ce cas, contre 600 °C dans les autres études portant sur le C₃S et le ciment.

B. Caractérisation par la résonance magnétique nucléaire (RMN)

Dans cette section, nous analysons les spectres RMN ²⁹Si des pâtes de ciment de C₃S après traitement thermique. Trois températures (600, 700 et 800 °C) ont été retenues pour les pâtes de ciment, tandis que la pâte de C₃S a été étudiée uniquement à 800 °C. Ces températures ont été sélectionnées en fonction des résultats de la diffraction des rayons X, qui ont révélé la formation de la Bélite dans cette plage thermique. Les spectres correspondants sont présentés dans la FIGURE 4.

Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) sont caractérisés par les groupes Q¹ et Q², correspondant respectivement aux extrémités et aux centres des chaînes (Alonso and Fernandez, 2004; Cong and James Kirkpatrick, 1996; Walkley and Provis, 2019). Dans les deux pâtes de 28 jours, un pic Q¹ est observé à -79 ppm, tandis qu'un pic Q² est situé autour de -84 ppm.

Conformément aux analyses DRX, les pics Q⁰ identifiés dans la pâte de C₃S sont associés au silicate de calcium C₃S anhydre. D'autres pics Q⁰ liés aux phases anhydres ont également été observés, notamment un pic à -71 ppm attribué au β -C₂S et une large bande à -73 ppm, associée au C₃S. De plus, un épaulement autour de -81 ppm, attribué selon la littérature à Q²(1Al), fournit des indications importantes sur l'incorporation de l'aluminium dans les phases C-S-H. Cela suggère la formation de C-(A)-S-H dans le ciment Portland hydraté (Skibsted and Andersen, 2013; Walkley and Provis, 2019). Le spectre du liant traité à 600 °C (PC600) a révélé quatre pics de résonance situés à $\delta(^{29}\text{Si})$ de -69, -71 et -72 (Q⁰), ainsi qu'à -78 (Q¹) ppm. Les pics Q⁰ correspondent à la présence des différentes polymorphes de la Bélite, tandis que le pic Q¹ est associé aux dimères de tétraèdres de silicates. La confirmation des pics Q⁰ est en accord avec les résultats de la DRX qui ont identifié la Bélite. Le pic à -71 ppm est généralement attribué au β -C₂S anhydre, comme confirmé par le spectre RMN-MAS ²⁹Si du PP800 qui montre un pic principal Q⁰ étroit à un $\delta(^{29}\text{Si})$ de -71 ppm (Scrivener et al., 2016). Les sites Q² n'ont pas été détectés, suggérant une décomposition complète des C-S-H (silicates de calcium hydratés) pour former de nouvelles phases lors du traitement à 600 °C.

En traitant les pâtes de ciment à 700 °C, le pic correspondant au Q¹ a complètement disparu avec une diminution brusque de celui situé à -72 ppm. Lorsque les pâtes de ciment ont été soumises à

un traitement à 800 °C, ce dernier pic a également disparu. Cette observation est cohérente avec la formation progressive des deux polymorphes de C₂S, comme indiqué par la DRX.

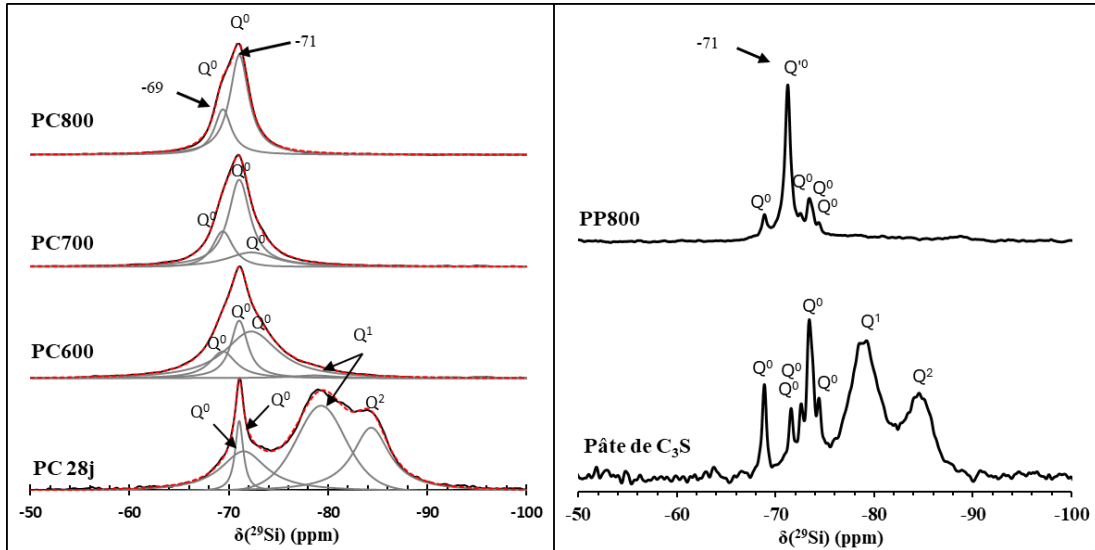


FIGURE 4. Spectres ²⁹Si-RMN des pâtes aux traitements thermiques. La ligne continue représente le spectre expérimental, la ligne grise représente la décomposition, et les lignes pointillées rouges représentent les pics cumulés de décomposition.

(à gauche : Pâte de ciment ; à droite : Pâte de C₃S)

Cependant, le pic situé à -69 ppm peut être attribué à la phase α'-H-C₂S, puisque celle-ci est identifiée seule avec la phase β-C₂S d'après l'analyse DRX effectuée sur le PC800. Selon la littérature, la position du pic à -72 ppm se trouve dans les intervalles des unités Q⁰ et Q¹ (Walkley and Provis, 2019). Dans une étude réalisée par Alonso et Fernandez (Alonso and Fernandez, 2004), l'application d'un traitement thermique à 450 °C sur des pâtes de ciment a entraîné l'émergence d'un nouveau pic de résonance à -74,2 ppm, identifié comme étant associé à des tétraèdres de type Q¹. D'autres études suggèrent également que ce pic pourrait être attribué à la présence du γ-C₂S (A.-R.Grimmer et al., 1985; Ishida et al., 1992). Ce dernier n'a pas été détecté par la diffraction des rayons X dans la limite de résolution du diffractomètre. Une étude menée par Sasaki et al. (Sasaki et al., 1997) a soumis des C-S-H synthétiques à des traitements thermiques. Ils ont observé l'apparition d'un pic à -73 ppm après un traitement thermique à 550 °C, qu'ils ont attribué au β-C₂S au lieu de γ-C₂S.

Selon les résultats bibliographiques, le pic observé à -72 ppm peut être attribué à un β-C₂S désordonné, étant donné que le polymorphe gamma n'a pas été détecté par la diffraction des rayons X. De plus, la présence de ce pic à 700 °C semble exclure l'hypothèse selon laquelle le pic est associé à des tétraèdres de type Q¹, car la décomposition du C-S-H est déjà complète à ce stade, comme le suggère la littérature (Carrico et al., 2020; Real et al., 2020). La comparaison des aires des pics à -71 et -69 ppm, correspondant respectivement aux polymorphes β-C₂S et α'-H-C₂S, indique une prédominance du polymorphe β-C₂S dans la plage de températures étudiée (600 à 800 °C), étant donné que l'aire du pic est proportionnelle au nombre de sites d'atomes de silicium présents.

III. Conclusion

Cette étude a mis en évidence la possibilité de régénérer des liants fonctionnels à partir de matériaux cimentaires par traitement thermique, constitue une alternative durable pour la valorisation des déchets de construction. Les résultats fournissent des informations essentielles sur les transformations des phases dans divers matériaux cimentaires exposés à des températures comprises entre 400 et 800 °C.

Les observations expérimentales montrent que le traitement thermique peut provoquer la formation de nouvelles phases régénérées à partir de ces matériaux, conduisant à des conclusions significatives. Lors des deux premières étapes, l'oxyde de calcium a été formé par la décomposition de la Portlandite et du CaCO_3 , un phénomène observé uniquement à 800 °C dans le cas des bétons recyclés.

Le traitement thermique a également engendré la formation de deux polymorphes, le $\beta\text{-C}_2\text{S}$ et l' $\alpha'\text{-H-C}_2\text{S}$. Alors qu'un traitement thermique à 600 °C appliqué sur la pâte de C_3S pure a conduit à la formation d'un seul polymorphe (le $\beta\text{-C}_2\text{S}$). Pour ce qui est de la pâte de ciment Portland, deux polymorphes ont été identifiés, à savoir le $\beta\text{-C}_2\text{S}$ et l' $\alpha'\text{-H-C}_2\text{S}$, ce dernier étant particulièrement réactif. En outre, la Mayénite ($\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$) a été formée, accompagnée de la reformation du C_4AF . Les traitements thermiques appliqués sur les deux types de bétons ont abouti à la formation de la Bélite à partir de 700 °C, tandis que le polymorphe $\alpha'\text{-H-C}_2\text{S}$ a été détecté par la DRX.

Afin de compléter cette étude, il est essentiel de caractériser les liants issus des bétons recyclés par spectroscopie RMN-MAS ^{29}Si , afin de valider les résultats obtenus par diffraction des rayons X. De plus, il est nécessaire de poursuivre cette démarche en réalisant une analyse du cycle de vie (ACV) ou une étude de la consommation énergétique, accompagnée d'une quantification des émissions de CO_2 générées lors du processus de recyclage des bétons. Cette approche permettra d'évaluer l'impact de l'utilisation des matériaux recyclés tant sur le plan énergétique qu'environnemental.

REFERENCES

- Agrela, F., Barbudo, A., Ramírez, A., Ayuso, J., Carvajal, M.D., Jiménez, J.R., 2012. Construction of road sections using mixed recycled aggregates treated with cement in Malaga, Spain. *Resour Conserv Recycl* 58, 98–106. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2011.11.003>
- Alonso, C., Fernandez, L., 2004. Dehydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments. *J Mater Sci* 39, 3015–3024. <https://doi.org/10.1023/b:jmsc.0000025827.65956.18>
- A.-R.Grimmer, F.von Lampe, M.Mägi, E.Lippmaa, 1985. HIGH-RESOLUTION SOLID-STATE ^{29}Si NMR OF POLYMORPHS OF Ca_2SiO_4 . *Cem Concr Res* 15, 467–473. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0008-8846\(85\)90120-6](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0008-8846(85)90120-6)
- Carriço, A., Bogas, J.A., Guedes, M., 2020a. Thermoactivated cementitious materials – A review. *Constr Build Mater* 250, 118873. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118873>
- Carriço, A., Real, S., Bogas, J.A., Costa Pereira, M.F., 2020. Mortars with thermo activated recycled cement: Fresh and mechanical characterisation. *Constr Build Mater* 256. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119502>

- Castellote, M., Alonso, C., Andrade, C., Turrillas, X., Campo, J., 2004. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cem Concr Res* 34, 1633–1644. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00229-1](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00229-1)
- Cong, X., James Kirkpatrick, R., 1996. ²⁹Si MAS NMR study of the structure of calcium silicate hydrate. *Advanced Cement Based Materials* 3, 144–156. [https://doi.org/10.1016/S1065-7355\(96\)90046-2](https://doi.org/10.1016/S1065-7355(96)90046-2)
- Ishida, H., Okada, Y., Mitsuda, T., 1992. Highly Reactive β-Dicalcium Silicate: II, Hydration Behavior at 25°C Followed by ²⁹Si Nuclear Magnetic Resonance. *Journal of the American Ceramic Society* 75, 359–365.
- Katz, A., Kulisch, D., 2017. Performance of mortars containing recycled fine aggregate from construction and demolition waste. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions* 50. <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1067-x>
- Kwon, E., Ahn, J., Cho, B., Park, D., 2015. A study on development of recycled cement made from waste cementitious powder. *Constr Build Mater* 83, 174–180. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.02.086>
- Pandurangan, K., Dayanithy, A., Om Prakash, S., 2016. Influence of treatment methods on the bond strength of recycled aggregate concrete. *Constr Build Mater* 120, 212–221. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.093>
- Poon, C.S., Azhar, S., Anson, M., Wong, Y.L., 2001. Strength and durability recovery of fire-damaged concrete after post-fire-curing. *Cem Concr Res* 31, 1307–1318. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00582-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00582-8)
- Real, S., Bogas, J.A., Carriço, A., Hu, S., 2021. Mechanical characterisation and shrinkage of thermoactivated recycled cement concrete. *Applied Sciences (Switzerland)* 11. <https://doi.org/10.3390/app11062454>
- Real, S., Carriço, A., Bogas, J.A., Guedes, M., 2020. Influence of the treatment temperature on the microstructure and hydration behavior of thermoactivated recycled cement. *Materials* 13. <https://doi.org/10.3390/ma13183937>
- Sasaki, K., Masuda, T., Ishida, H., Mitsuda, T., 1997. Synthesis of calcium silicate hydrate with Ca/Si = 2 by mechanochemical treatment. *Journal of the American Ceramic Society* 80, 472–476. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1997.tb02853.x>
- Scrivener, K., Snellings, R., Lothenbach, B., 2016. A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials.
- Silva, R. V., de Brito, J., Dhir, R.K., 2019. Use of recycled aggregates arising from construction and demolition waste in new construction applications. *J Clean Prod* 236, 117629. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.117629>
- Skibsted, J., Andersen, M.D., 2013. The effect of alkali ions on the incorporation of aluminum in the calcium silicate hydrate (C-S-H) phase resulting from portland cement hydration studied by ²⁹Si MAS NMR. *Journal of the American Ceramic Society* 96, 651–656. <https://doi.org/10.1111/jace.12024>
- Song, H., Jeong, Y., Bae, S., Jun, Y., Yoon, S., Eun Oh, J., 2018. A study of thermal decomposition of phases in cementitious systems using HT-XRD and TG. *Constr Build Mater* 169, 648–661. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.001>
- Walkley, B., Provis, J.L., 2019. Solid-state nuclear magnetic resonance spectroscopy of cements. *Mater Today Adv*. <https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2019.100007>