

21^e édition des Journées scientifiques
du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton
(RF)²B

Polytechnique Montréal, Montréal, Canada
5 et 6 juillet 2023

CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE ET MECANIQUE DE GÉOPOLYMERES A BASE DE SEDIMENTS DE DRAGAGE THERMO- MECANO SYNTHETISES

E. Mahfoud^{A B C}, W. Maherzi^{A B}, M. Benzerzour^{A B}, N. Abriak^{A B}, K. Ndiaye^C, S. Aggoun^C

^AIMT Nord Europe, Institut Mine-Télécom, Centre for Materials and process, F-59000, Lille, France

^BUniv. Lille, Institut Mine-Télécom, Univ. Artois, JUNIA, ULR 4515 – LGCgE, Laboratoire de Génie Civil et géo- Environnement, F-59000, Lille, France

^CCY Cergy Paris Université, L2MGC, F-95000 Cergy, France

RÉSUMÉ : Cet étude vise à valoriser les sédiments de dragage dans la formulation des géopolymères «**One-Part-Geopolymer**» en variant le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Une caractérisation mécanique et physico-chimique est réalisée afin de déterminer l'effet de la substitution des cendres volantes par des sédiments et du rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Quatre sources aluminosilicates sont utilisées : cendres volantes CV et trois poudres CVSn traitées thermo-mécaniquement et préparées à partir d'un mélange de CV et de sédiments, avec n le pourcentage de sédiments (n=15, 30 et 50%). Le rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ est varié entre 3; 3,5; 4; 4,5 et 5. Les résultats ont montré que les sédiments peuvent constituer une source d'aluminosilicates dans les géopolymères. Cette incorporation améliore la résistance mécanique et diminue la porosité des matrices. La caractérisation physico-chimique a démontré la formation de gels géopolymères et des cristaux de zéolithes. Le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ optimal est (3,5 pour CV, CVS15, CVS30 et 5 pour CVS50).

1. INTRODUCTION

Afin de maintenir la navigation dans les cours d'eau et les ports maritimes, une quantité importante de sédiments est draguée chaque année. Les ports français produisent plus de 50 millions de m^3 par an, ce qui pose d'importants problèmes économiques et environnementaux (Wang, 2011). Comme ils ne seront plus autorisés de les mettre à mer à partir du 1er janvier 2025, les volumes de ces sédiments posent un défi croissant pour la gestion de ces structures (Article 85 - LOI n° 2016-816, 2016). Ces dernières années, la demande en matériaux de construction a également connu une augmentation significative dans le secteur de construction. De ce fait, ce secteur, et en particulier la filière béton, semble être un exutoire prometteur pour la valorisation de sédiments. La production mondiale de ciment Portland ne cesse d'augmenter ces dernières années. Cette augmentation pose de sérieux problèmes environnementaux en raison du volume important de CO_2 rejeté dans l'atmosphère (Madheswaran et al., 2013). En France, la production du ciment participe en 8% du rejet de CO_2 dans l'atmosphère. Une des pistes pour diminuer l'empreinte carbone du secteur de la construction, est la diminution de la teneur en ciment dans les matériaux de construction. Grâce à leurs nombreuses propriétés et avantages comparés aux bétons standards, les géopolymères sont des matériaux très prometteurs. Parmi ces avantages : prise rapide, excellente résistance d'adhérence, une résistance mécanique élevée, une bonne résistance au feu et aux acides (Zerzouri et al., 2021). Toutefois,

cette performance est influencée par un certain nombre de facteurs, notamment la solution d'activation, le type de cure, le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, etc. La composition minéralogique des sédiments de dragage est riche en silice et alumine et par conséquent ces sédiments pourraient servir de source d'aluminosilicates pour la formulation des liants géopolymères. Cette étude vise à valider cette hypothèse. En d'autres termes, elle vise à valoriser les sédiments de dragage comme substituant des cendres volantes dans la formulation d'un liant géopolymère de type " One-Part-Geopolymer ". La formulation " One-Part-Geopolymer " consiste à mélanger des sources d'aluminosilicates et une poudre d'activation alcaline à l'état solide avant d'ajouter de l'eau immédiatement (Luukkonen et al., 2017). Dans cette étude les sources aluminosilicates ont subi un traitement thermomécanique pour augmenter leur réactivité. En modifiant le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ et le pourcentage de sédiments, plusieurs formulations ont été testées. Pour chaque liant fabriqué avec un certain pourcentage de sédiments, une formulation optimale a été choisie en fonction des exigences mécaniques des applications. Des caractérisations physico-chimique, porosité au mercure et MEB, ont été réalisées pour confirmer le développement de gels de géopolymérisation lors de l'utilisation de sédiments.

2. MATERIAUX ET METHODE

2.1 Préparation des matériaux

Plusieurs sources aluminosilicates ont été utilisés : des cendres volantes **CV** comme référence, et trois autres sources appelées **CVSn** formés à partir d'un mélange de **CV** et de sédiments de dragage fluvial de Noyelles-sous-Lens en France **SD**, avec n le pourcentage de sédiments (n=15, 30 et 50 %). Pour améliorer la réactivité et enlevé les matériaux organiques et les impuretés, ces mélanges ont subi un processus de traitement thermomécanique. Le traitement consiste dans une première étape à faire une calcination à 800°C pendant deux heures. Un essai ATG sur les sédiments a été prise en compte pour déterminer la température de calcination (Figure 1.).

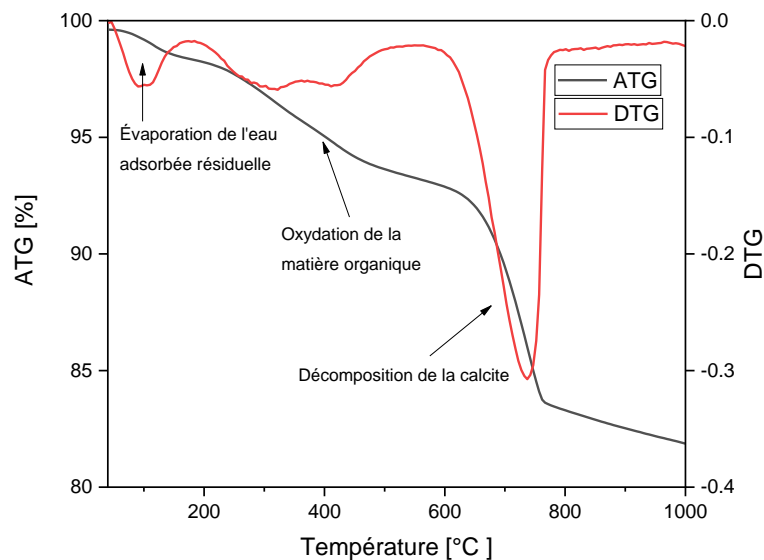


Figure 1. TGA de sédiments bruts SD

Dans une deuxième étape, les poudres calcinées ont subi un broyage avec un broyeur à disque vibrant (Retsch RS200) pendant une minute à 750 tr/min. Concernant l'activateur alcalin, la poudre d'activation nommée **SS** a été préparée à partir d'un mélange de 25 %m de NaOH et de 75 %m de silicate de sodium commercial. Dans **SS**, le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ est équivalent à 1,2. Un sable normalisé a été utilisé pour la formulation de mortiers.

2.2 Caractérisation des matériaux

Plusieurs essais de caractérisations physico-chimique, minéralogiques et environnementales ont été effectués sur le sédiment brut SD et les quatre sources aluminosilicates utilisées dans les formulations (CV, CVS15, CVS30 et CVS50). Des analyses DRX (appareil DRX Bruker D2 Advance) sont réalisés pour déterminer la minéralogie des poudres (Figure 2.).

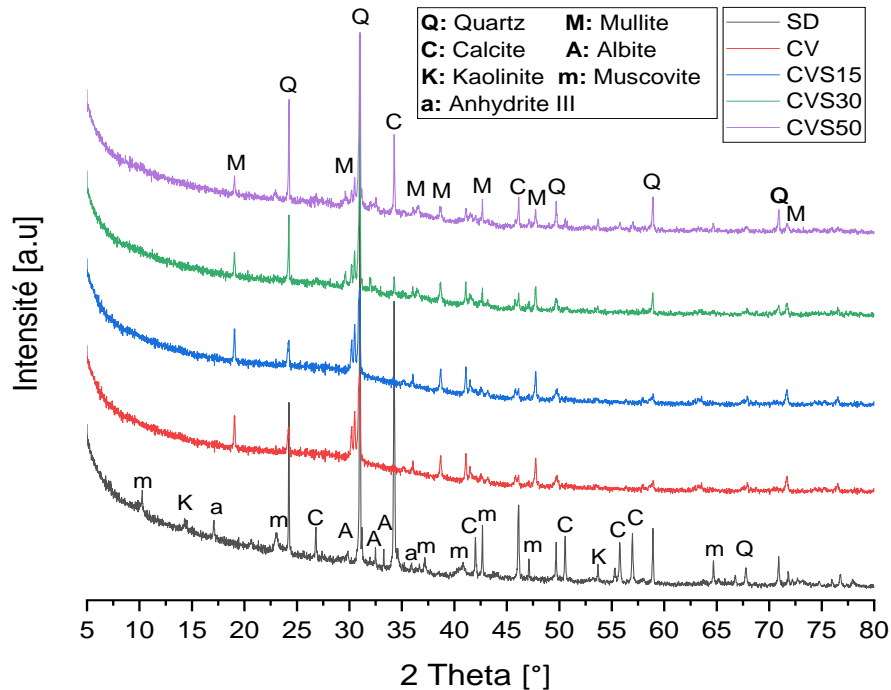


Figure 2. DRX des différentes poudres

Selon les résultats de la DRX, les sédiments bruts **SD** contiennent trois phases principales : les silicates (silice), les carbonates (calcite) et les argiles (kaolinite, albite, muscovite) et une phase mineure d'anhydrite III montrant la présence du sulfate. Les cendres volantes contiennent majoritairement de la silice et de la mullite. Concernant les mélanges **CVSn** traités, les minéraux principaux sont : la silice et la mullite avec la présence de la calcite dans le cas de CVS30 et CVS50 à cause du taux élevé de sédiments. Les phases argileuses (kaolinite, albite, muscovite) sont transformées en phases amorphes à cause de la calcination. Les sédiments bruts et les sources d'aluminosilicates ont fait l'objet d'un test environnemental de lixiviation selon la norme (NF EN 12457-2, 2002). Les résultats ont démontré que ces poudres sont catégorisées comme des déchets inertes conformément aux seuils fixés par l'arrêté relatif aux installations de stockage de déchets inertes publié le 12 décembre 2014.

La distribution granulométrique des poudres a été mesurée par l'analyseur de particules laser COULTER type LS 13 320. La méthode BET a été utilisé pour mesurer la surface spécifique en utilisant un appareil d'analyseur agitant de Micromeritics (3FLEX Surface Caractérisation). L'appareil pycnomètre à hélium a été utilisé pour mesurer la densité. La composition chimique des matières premières a été identifiée par analyse de fluorescence X (FX).

Le Tableau 1. reprend les caractéristiques physico-chimiques des différents matériaux utilisés. Selon les résultats, l'ajout de sédiments augmente la densité, la surface spécifique du liant. Concernant la composition chimique, l'incorporation de sédiments augmente le taux du CaO.

Tableau 1. Propriétés physico-chimiques des différents matériaux utilisés

Propriétés Physiques	SD	CV	CVS15	CVS30	CVS50
<i>SS BET (cm²/g)</i>	43765	26021	31756	34686	60849
<i>Densité (g/cm³)</i>	2,43	2,10	2,54	2,59	2,60
<i>D10 (µm)</i>	0,72	1,31	0,78	0,73	0,67
<i>D50 (µm)</i>	4,61	9,78	6,51	5,63	4,18
<i>D90 (µm)</i>	19,12	20,97	23,03	22,68	18,81
Eléments majeurs (%)					
<i>SiO₂</i>	39,62	51	49,6	48,9	48
<i>Al₂O₃</i>	9,64	26,1	24,6	22,6	19,8
<i>Fe₂O₃</i>	5,12	5,8	6,1	6,1	5,7
<i>CaO</i>	10,57	2,3	3,4	5,7	8,3
<i>Na₂O</i>	0,69	1	0,8	0,9	0,7

2.3 Formulations

L'un des freins au développement des géopolymères est la méthode d'activation (Difficulté dans la préparation de la solution alcaline sur site). Cependant, le processus d'activation alcaline implique des solutions alcalines aqueuses concentrées, qui sont corrosives, visqueuses et, en tant que telles, difficiles à manipuler (Luukkonen et al., 2017). D'où vient l'intérêt de cette étude, qui propose l'utilisation de la méthode "One-Part-Geopolymer" afin de faciliter la formulation et de contribuer ainsi au développement de l'utilisation des géopolymères dans les applications de béton préfabriqués. Cette technique innovante consiste à ajouter immédiatement de l'eau à un mélange solide composé de sources d'aluminosilicates (cendres volantes et sédiments calcinés) et d'une poudre d'activation composée de silicate de sodium commercial et d'hydroxyde de sodium anhydres. Suivant la norme (NF EN 196-1, 2016), 17 formulations ont été réalisées en variant le rapport molaire SiO₂/Al₂O₃ entre 3 ; 3,5 ; 4 ; 4,5 pour chaque source aluminosilicates (CV, CVS15, CVS30 et CVS50) et en ajoutant le rapport 5 pour CVS50. Les échantillons 4x4x16 cm³ formulés ont été conservés à 50 °C dans des sacs fermés durant 72h et le reste du temps de cure à 20°C dans des sacs fermés. La variation du rapport molaire SiO₂/Al₂O₃ est réalisé en changeant la quantité de la poudre d'activation. Pour tous les formulation un rapport d'eau sur liant (source aluminosilicates) E/L égale à 0,5 est utilisé suite à une optimisation de la demande en eau. Chaque formulation de mortiers est nommée **CVSn-m** avec n le pourcentage de sédiments et m le rapport molaire SiO₂/Al₂O₃.

2.4 Caractérisation mécanique

La réaction de géopolymérisation et, par conséquent, les performances mécaniques des mortiers géopolymères sont fortement influencées par le rapport molaire SiO₂/Al₂O₃. Une caractérisation mécanique a été réalisé sur tous les formulations, afin de sélectionner la formulation optimale (rapport optimal) en termes de résistance à la compression pour chaque source aluminosilicates utilisé, c'est-à-dire pour chaque pourcentage de sédiments. A l'aide de la presse mécanique / 5500R - 150 kN (Instron), les résistances à la compression à 7 et 28 jours pour toutes les formulations sur trois échantillons de 4x4x16 cm³ ont été mesurées conformément à la norme (NF EN 196-1, 2016).

2.5 Caractérisation physico-chimique et microstructurale

L'un des plus importants indicateurs de durabilité est la porosité. Elle permet des interactions avec l'environnement extérieur. L'appareil Micromeritics Autopore V 9600 a été utilisé pour effectuer les tests de porosité conformément à la norme requise (ISO 15901-1:2016, 2016). À 28 jours, les mesures ont été effectuées sur trois échantillons de chaque formulation optimale choisie.

La microscopie électronique à balayage (MEB) a été réalisée à l'aide d'un Hitachi S-4300SE/N équipé d'un détecteur EDS Thermo Scientific Ultradry sur des échantillons des mortiers de formulation optimale sélectionnés à 28 jours afin d'évaluer la principale phase minérale formée dans les échantillons. L'image électronique à rétrodiffusion (BSE) a été utilisée sur une section finement polie d'échantillons de 1 cm³. Le mode BSE sur un échantillon poli recouvert de carbone (une fine couche conductrice) a été utilisé pour visualiser la répartition des produits de gel de géopolymère en distinguant les nuances de gris sous une lumière différente. L'image électronique secondaire (SE) sur un échantillon non poli recouvert d'or (une fine couche conductrice) a été utilisée pour visualiser la morphologie.

3. RESULTATS

3.1 Optimisation des formulations

Les résultats de la résistance à la compression de toutes les formulations sont présentés dans la Figure 3. La résistance à la compression augmente entre 7 et 28 jours ce qui montre que la réaction de géopolymérisation suit une telle cinétique. Le rapport molaire SiO₂/Al₂O₃ optimal est 3,5 pour CV, CVS15 et CVS30 et 5 pour CVS50. Cette différence dans la valeur optimale du rapport SiO₂/Al₂O₃ d'un liant à l'autre revient à la vitesse de dissolution, qui peut varier considérablement d'un liant à l'autre. La différence du taux de SiO₂ réactif pourrait expliquer cette variation. Une amélioration significative de la résistance à la compression est provoquée par l'augmentation du rapport SiO₂/Al₂O₃ à une valeur optimale. Au-delà de ce rapport optimal la résistance à la compression diminue (pour CV, CVS15 et CVS30). Cette tendance d'augmentation et de diminution de la résistance à la compression avec l'augmentation du rapport SiO₂/Al₂O₃ est conforme à celle rapportée dans la littérature pour les géopolymères (Duxson et al., 2007; Kioupis et al., 2020).

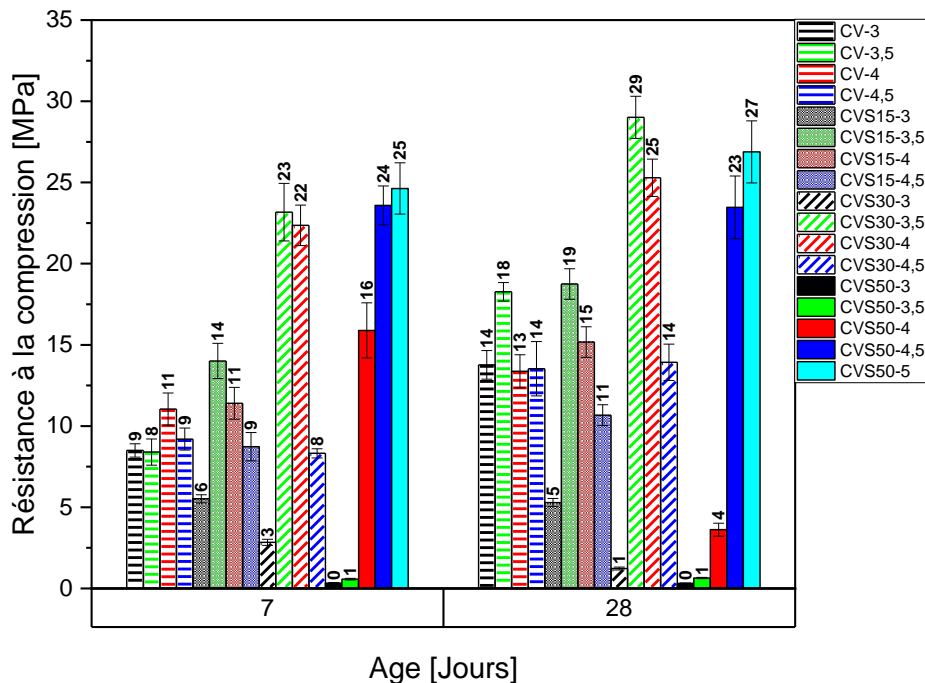


Figure 3. Résistance à la compression de toutes les formulations

Selon Kioupis et al., 2020, les performances mécaniques des géopolymères sont améliorées avec l'introduction de silicium supplémentaire par la solution d'activation. D'après Duxson et al., 2007, les ions silicium supplémentaires agissent comme des points de nucléation pour les réactions de polycondensation et par conséquent améliorent la réaction de géopolymérisation. Par contre, un effet négatif sur le

développement de la résistance mécanique est observé lors de l'ajout de silicium au-delà du seuil optimal. Il semble que l'excès d'ions silicium dans la solution d'activation limite la dissolution du précurseur d'aluminosilicates en inhibant la réaction de dissolution (Kioupis et al., 2020). Selon ces résultats, les formulations réalisées avec les sources CVSn peuvent atteindre des résistances plus élevées que celle du témoin CV. Cette augmentation dans la résistance mécanique avec l'ajout de sédiments pourrait être expliqué de deux points de vue physique et chimique. Du point de vue physique, avec l'ajout de sédiments la finesse des liants à augmenter et par conséquent sa réactivité, ce qui entraîne une amélioration dans la résistance mécanique. Du point de vue chimique, l'incorporation de sédiments augmente le taux de CaO selon les résultats de l'analyse de la fluorescence de rayons X (Tableau 1). L'ajout de CaO pourrait entraîner une formation de nouveaux gels à côté du N-A-S-H comme le C-A-S-H et le C-S-H. Cette coexistence de C-A-S-H et de N-A-S-H a été étudié par plusieurs chercheurs (Yip et al., 2005; Zerzouri et al., 2022). Yip et al (Yip et al., 2005) ont montré que les résistances à la compression sont nettement améliorées suite à la coexistence de gels C-A-S-H et N-A-S-H, en travaillant sur l'alcali-activation du metakaolin et du laitier. Par conséquent, les sédiments peuvent être utilisés comme source d'aluminosilicates pour le processus de géopolymérisation (Lirer et al., 2017; Mostefa et al., 2018).

3.2 Caractérisation microstructurale

La microstructure des quatre formulations optimales (CV-3,5 ; CVS15-3,5 ; CVS30-3,5 et CVS50-5) est évaluée par la porosité au mercure. La porosité totale au mercure pour chaque formulation est 19,08 % pour CV-3,5 ; 19,32 % pour CVS15-3,5 ; 19,11 % pour CVS30-3,5 et 17,21 % pour CVS50-5. La Figure 4. présente les mesures de la porosité au mercure effectuées sur les quatre formulations en termes de distribution des pores. Pour chaque formulation, il existe deux familles de taille de pores (3.7 μm et 0,04 μm) pour CV-3,5 ; (10.7 μm et 0,032 μm) pour CVS15-3,5 ; (9.5 μm et 0,026 μm) pour CVS30-3,5 et (16 μm et 0,011 μm) pour CVS50-5. La finesse des pores augmente avec l'augmentation de la quantité de sédiments présents.

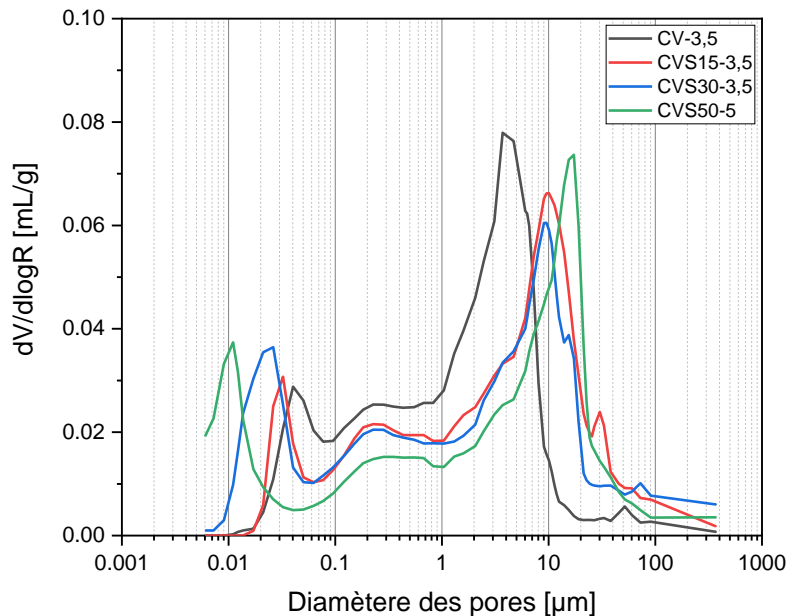


Figure 4. Distributions des pores

En fonction du diamètre des pores, la porosité peut être divisée en quatre catégories : inoffensive (20 nm), moins nocive (20-50 nm), nocive (50-200 nm) et plus nocive (>200 nm) (Zhao et al., 2021). **La Reference source not found.** illustre cette division. Cette classification peut servir comme un indicateur de durabilité pour chaque formulation. D'après ces résultats, l'ajout de sédiments entraîne une augmentation du taux des mésopores (diamètre ≤ 50 nm). Il est vrai que pour les formulations CVS30-3,5

et CVS50-5, la proportion de pores fins (c'est-à-dire inoffensifs) augmente, ce qui explique leurs résistances à la compression plus élevées que les autres. D'un point de vue physique, l'empilement granulaire des sédiments non réagis en raison de leur finesse peut être utilisé pour expliquer la réduction de la taille des pores avec l'augmentation du pourcentage de sédiments. De point de vue chimique, la diminution de la taille des pores peut être liée à la formation de gels de géopolymères C-A-S-H suite à la quantité de calcium dans les sédiments incorporés (Yip et al., 2005).

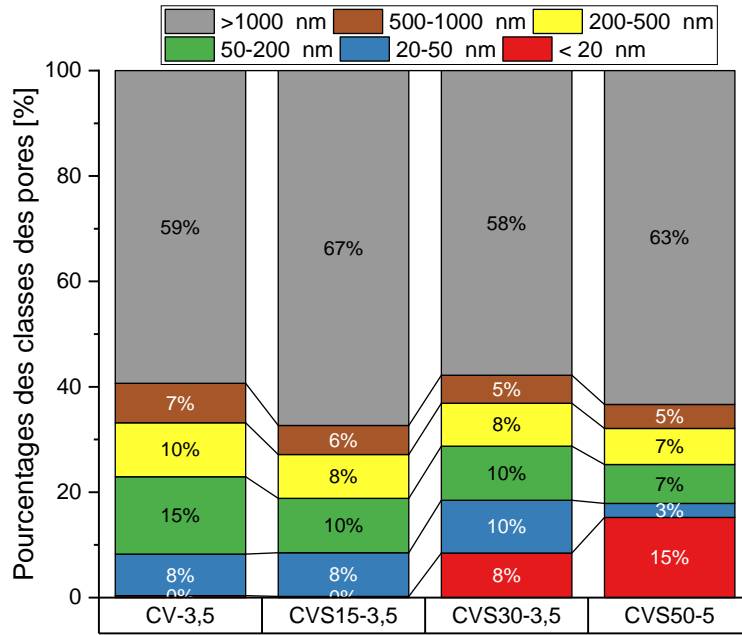


Figure 5. Classification des familles des pores

La morphologie des deux formulations de mortier CV-3,5 et CVS30-3,5 observée par MEB – SE est présentée dans la Figure 6. Ces observations démontrent la formation de produits secondaires, tels que les zéolithes (Faujasite - Zéolite X ou Y, Sodalite, Zéolite A et Na-chabazite...), ainsi que des gels de géopolymérisation (N-A-S-H dans CV-3,5), (N-A-S-H et/ou C-A-S-H dans CVS30-3,5) présentés sous forme de blocs lisses (Zerzouri et al., 2022, 2021). Selon la littérature, les cristaux de zéolithes sont décrits comme des polyèdres réguliers ou irréguliers où les particules peuvent être sphériques ou irrégulières, alors que les gels amorphes de N-A-S-H ont une forme lisse (Liu et al., 2016; Zerzouri et al., 2021).

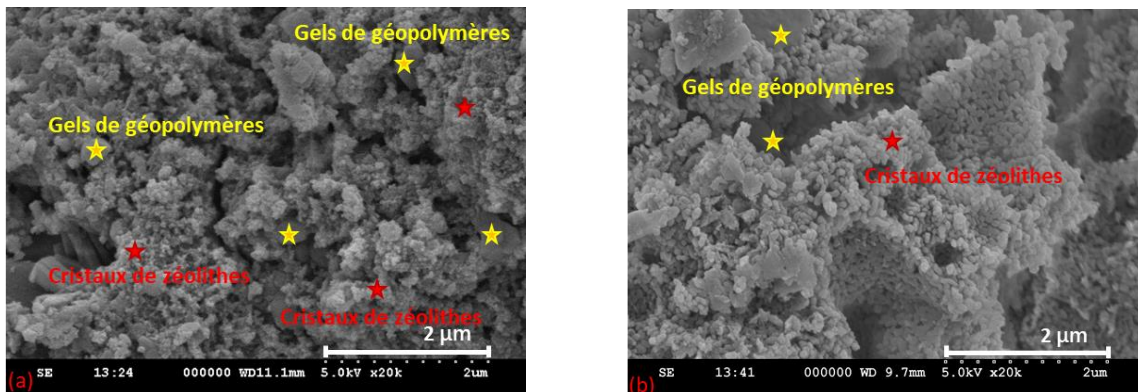


Figure 6. Observations morphologiques MEB – SE des mortiers (a) CV-3,5 et (b) CVS30-3,5 à 28 jour

La Figure 7. montre les observations MEB – BSE (Image électronique à rétrodiffusion) avec analyse EDS en cartographies des deux mortiers optimaux CV-3,5 et CVS30-3,5 à 28 jours. Les particules sphériques en gris clair sont attribuées à des sources d'aluminosilicates non réagis. Ces résultats montrent la formation des gels de géopolymérisation N-A-S-H dans CV-3,5 et (N-A-S-H et/ou C-A-S-H) dans le CVS30-3,5 qui sont représentés par la couleur gris foncé et constituent la pâte dense entourant les grains de sol normalisés et les particules non réagis. Les cartographies démontrent une distribution homogène des éléments Si, Al, Na et Ca dans les pâtes hydratées qui sont les éléments responsables de la formation de gels de géopolymérisation. La cartographie de l'élément calcium en rouge montre clairement, la richesse de la formulation CVS30-3,5 en calcium et une distribution plus homogène par rapport à la formulation de référence CV-3,5. Cette cartographie montre la formation du gel C-A-S-H dans CVS30-3,5 qui est liée au pourcentage de CaO dans les sédiments de dragage incorporés. Cette coexistence de C-A-S-H et de N-A-S-H a également été observée dans les résultats EDS de Zerzouri et al. (Zerzouri et al., 2022) lorsqu'ils ont ajouté le laitier pendant l'activation des cendres volantes. Ces résultats expliquent la distribution des pores plus fines obtenue avec l'ajout de sédiments et par conséquent l'augmentation de la résistance à la compression.

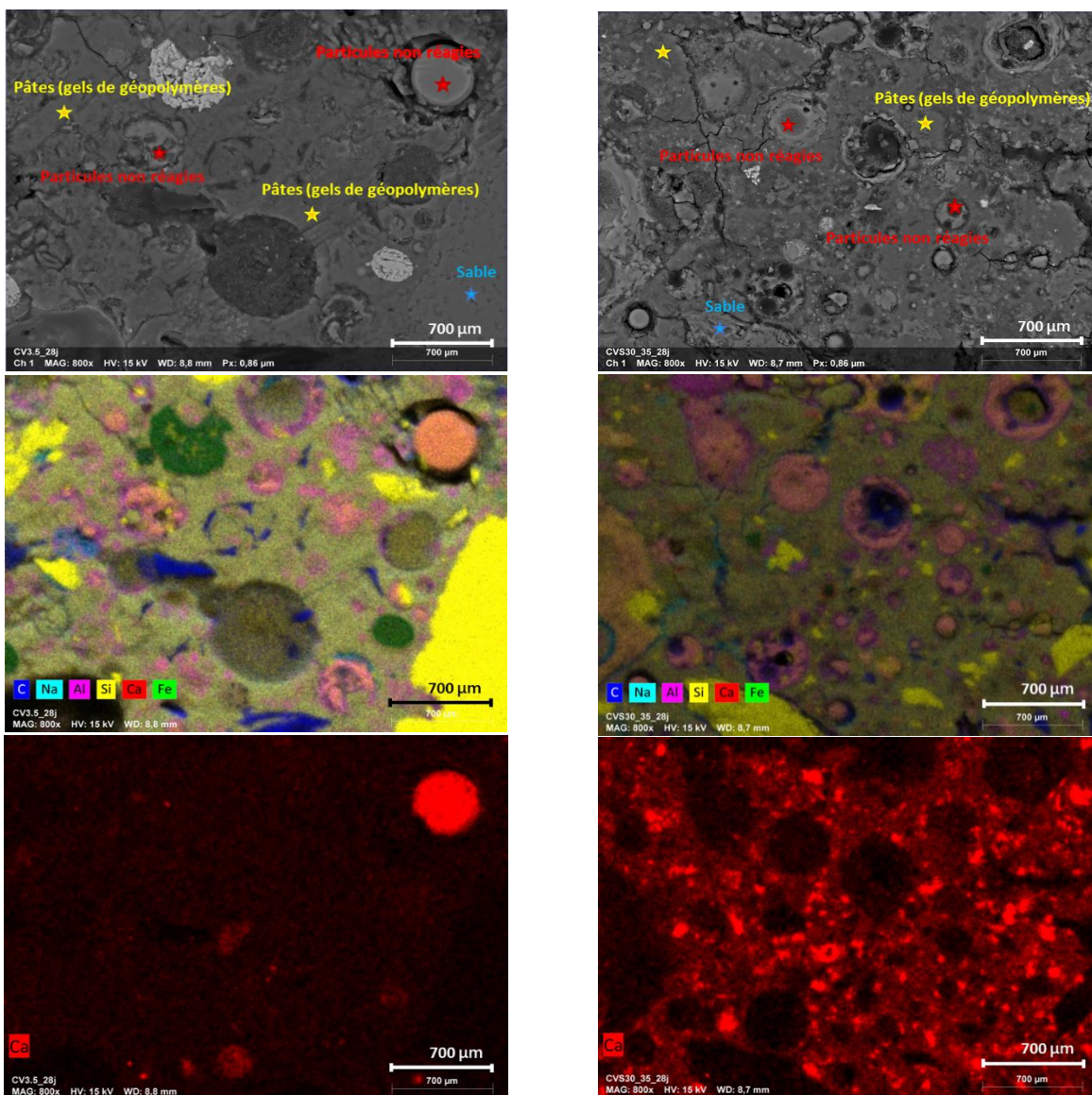


Figure 7. Observations EDS MEB – BSE des mortiers CV-3,5 (gauche) et CVS30-3,5 (droite) à 28 jours

4. CONCLUSION

La valorisation des sédiments de dragage dans un éco-liant géopolymère " One-Part-Geopolymer " était l'objectif principal de cette étude.

L'impact de l'utilisation des sédiments en remplacement des cendres volantes et l'effet du rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ont été étudiés. Les résultats de l'étude ont révélé que :

- Le remplacement des cendres volantes par des sédiments améliore les performances mécaniques et augmente le pourcentage des mésopores (diamètre ≤ 50 nm), ce qui peut améliorer la durabilité du mortier.
- L'amélioration de ces caractéristiques avec l'incorporation de sédiments est liée à deux phénomènes : la coexistence des gels d'hydrates C-A-S-H et N-A-S-H et la finesse des sédiments, qui servent de zone de nucléation dans la matrice.
- Les tests de caractérisation microstructurale ont confirmé la formation de gels de géopolymères et de cristaux de zéolite en tant que produits secondaires. Ainsi, les sédiments de dragage peuvent être une source d'aluminosilicates pour la formulation d'éco-liants géopolymériques.
- Le rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ a un effet sur les résistances à la compression et dépend du type de liant. Cela peut s'expliquer par la différence dans la réactivité de la silice dans chaque source d'aluminosilicates.

En outre, la durabilité est un critère important pour le choix d'un matériau de construction. Il sera donc important d'évaluer la stabilité chimique (lixiviation, carbonatation accélérée), la stabilité volumique (retrait, attaque par les sulfates), la stabilité thermique (gel/dégel) des matrices géopolymères optimales.

5. REFERENCES

- Article 85 - LOI n° 2016-816, 2016. Article 85 - LOI n° 2016-816 du 20 juin 2016 pour l'économie bleue (1) - Légifrance [WWW Document]. URL https://www.legifrance.gouv.fr/loda/article_lc/LEGIARTI000032730845/2016-06-22 (accessed 4.28.23).
- Duxson, P., Mallicoat, S.W., Lukey, G.C., Kriven, W.M., van Deventer, J.S.J., 2007. The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 292, 8–20. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2006.05.044>
- ISO 15901-1:2016, 2016. Evaluation de la distribution de taille des pores et la porosité des matériaux solides par porosimétrie à mercure et l'adsorption des gaz - Partie 1: Porosimétrie à mercure [WWW Document].
- Kioupis, D., Skaropoulou, A., Tsivilis, S., Kakali, G., 2020. Valorization of Brick and Glass CDWs for the Development of Geopolymers Containing More Than 80% of Wastes. *Minerals* 10, 672. <https://doi.org/10.3390/min10080672>
- Lirer, S., Liguori, B., Capasso, I., Flora, A., Caputo, D., 2017. Mechanical and chemical properties of composite materials made of dredged sediments in a fly-ash based geopolymer. *Journal of Environmental Management* 191, 1–7. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2017.01.001>
- Liu, Y., Yan, C., Qiu, X., Li, D., Wang, H., Alshameri, A., 2016. Preparation of faujasite block from fly ash-based geopolymer via in-situ hydrothermal method. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 59, 433–439. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2015.07.012>
- Luukkonen, T., Abdollahnejad, Z., Yliniemi, J., Kinnunen, P., Illikainen, M., 2017. One-part alkali-activated materials: A review. *Cement and Concrete Research* 103. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.10.001>
- Madheswaran, C.K., Gnanasundar, G., Gopalakrishnan, N., 2013. Effect of molarity in geopolymer concrete [WWW Document]. undefined. URL </paper/Effect-of-molarity-in-geopolymer-concrete-Madheswaran-Gnanasundar/df8334da591f069d6ad9e9f568c6e07736aec9ad> (accessed 1.22.21).

- Mostefa, F., Bouhamou, N.E., Mesbah, H.A., Aggoun, S., Mekhatria, D., 2018. Sedimentary Clays as Geopolymer Precursor. *JERA* 39, 97–111. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/JERA.39.97>
- NF EN 196-1, 2016. Méthodes d'essais des ciments - Partie 1: détermination des résistances [WWW Document].
- NF EN 12457-2, 2002. Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 2: essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité) [WWW Document].
- Wang, D., 2011. Solidification et valorisation de sédiments du port de Dunkerque en travaux routiers [WWW Document]. URL <https://www.semanticscholar.org/paper/Solidification-et-valorisation-de-s%C3%A9diments-du-port-Wang/db3482b733fcb6945064b3cc134a23a1f6e32ee2> (accessed 3.24.22).
- Yip, C.K., Lukey, G.C., van Deventer, J.S.J., 2005. The coexistence of geopolymeric gel and calcium silicate hydrate at the early stage of alkaline activation. *Cement and Concrete Research* 35, 1688–1697. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.10.042>
- Zerzouri, M., Bouchenafa, O., Hamzaoui, R., Ziyani, L., Alehyen, S., 2021. Physico-chemical and mechanical properties of fly ash based-geopolymer pastes produced from pre-geopolymer powders obtained by mechanosynthesis. *Construction and Building Materials* 288, 123135. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123135>
- Zerzouri, M., Hamzaoui, R., Ziyani, L., Alehyen, S., 2022. Influence of slag based pre-geopolymer powders obtained by mechanosynthesis on structure, microstructure and mechanical performance of geopolymer pastes. *Construction and Building Materials* 361, 129637. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.129637>
- Zhao, S., Xia, M., Yu, L., Huang, X., Jiao, B., Li, D., 2021. Optimization for the preparation of composite geopolymer using response surface methodology and its application in lead-zinc tailings solidification. *Construction and Building Materials* 266, 120969. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120969>