

Caractérisations mécanique et physico-chimique des mortiers « One-Part-Geopolymer » formulés à base de cendres volantes et sédiments de dragage traités thermo-mécaniquement

Elie Mahfoud^{1 2 3}

¹CY Cergy Paris Université, L2MGC, F-95000 Cergy, France. (Correspondant : elie.mahfoud@cyu.fr)

²IMT Nord Europe, Institut Mine-Télécom, Centre for Materials and process, F-59000, Lille, France

³Univ. Lille, Institut Mine-Télécom, Univ. Artois, JUNIA, ULR 4515 – LGCgE, Laboratoire de Génie Civil et géo- Environnement, F-59000, Lille, France (Correspondant : elie.mahfoud@imt-nord-europe.fr)

RESUME Dans cet article les sédiments de dragage ont été utilisé pour la formulation des géopolymères de type “One part geopolymer” ou “just add water”. L’effet de la substitution des cendres volantes par des sédiments sur les propriétés mécaniques et microstructurales a été étudié. De plus, l’effet du rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sur ces deux paramètres a été mis en évidence. Pour ce faire, quatre sources d’aluminosilicates ont été préparées pour obtenir des mortiers géopolymères avec des rapports molaires $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 3 ; 3,5 ; 4 ; 4,5 et 5. Les quatre sources aluminosilicates sont les cendres volantes CV, et trois poudres CVSn traités thermo-mécaniquement et préparées à partir d’un mélange de CV et des sédiments de dragage, avec n le pourcentage de sédiments (n=15, 30 et 50%). Les résultats ont montré que l’incorporation des sédiments augmente la résistance à la compression et diminue la porosité des matrices. De même, il a été démontré que pour chaque pourcentage de sédiments, il existe un rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ optimal (3,5 pour CV, CVS15, CVS30 et 5 pour CVS50). Les résultats des observations au microscopie électronique à balayage (MEB) ont démontré la formation de gels géopolymères et des cristaux de zéolithes comme produits secondaires. De ce fait, les sédiments de dragage peuvent constituer une source d’aluminosilicates pour la formulation d’éco-liants géopolymères.

Mots-clefs Sédiments, Cendres volantes, Géopolymères, Performances mécaniques, Microstructure, Durabilité

I. INTRODUCTION

Chaque année une grande quantité de sédiments est draguée pour maintenir la navigation dans les cours d’eau et les ports maritimes. En France, environ 50 millions de m^3 sont produits par les ports, ce qui représente à la fois de réels enjeux économiques et environnementaux (Wang, 2011). Les quantités de ces sédiments deviennent de plus en plus problématique pour les gestionnaires de ces ouvrages, qui n’auront plus le droit de les remettre en mer à partir du 1^{er} janvier 2025 (“Article 85 - LOI n° 2016-816 du 20 juin 2016 pour l’économie bleue (1) - Légifrance,” 2016). Par ailleurs, le secteur de la construction connaît ces dernières années une forte demande sur les matériaux de construction. De ce fait, le secteur de la construction, et en particulier la filière béton, semble être un exutoire prometteur pour la valorisation de sédiments. Le béton est le matériau le

plus utilisé dans le monde, après la ressource en eau. Dans la composition du béton, le ciment portland constitue le liant le plus utilisé. En France, la production du ciment est responsable d'environ 8% du rejet de CO₂ dans l'atmosphère. Une des pistes pour diminuer l'empreinte carbone du secteur de la construction est l'utilisation de liants alternatifs bas carbone tels que les liants géopolymères. Les géopolymères sont des matériaux très prometteurs grâce à leurs nombreuses propriétés et avantages comparés aux bétons standards : prise rapide, excellente résistance d'adhérence, une résistance mécanique élevée, une bonne résistance au feu et aux acides (Zerzouri et al., 2021). Néanmoins, ces performances dépendent de plusieurs paramètres comme la solution d'activation, le type de cure, le rapport molaire SiO₂/Al₂O₃, etc. De par leur composition minéralogique, les sédiments peuvent constituer une source d'aluminosilicate pouvant être utilisée dans les formulations des géopolymères. Cette étude vise donc à valoriser les sédiments de dragage avec des cendres volantes dans un éco-liant géopolymère (One-Part-Geopolymer). Un traitement thermo-mécanique a été effectué sur ces sources afin de les rendre plus réactives. La formulation du « One-Part-Geopolymer » consiste à ajouter immédiatement de l'eau à un mélange solide composé de sources d'aluminosilicates, de granulats et d'une poudre d'activation (Luukkonen et al., 2017). Plusieurs formulations ont été réalisées en faisant varier le pourcentage de sédiments et le rapport molaire SiO₂/Al₂O₃. En fonction des exigences mécaniques des applications, plusieurs types de formulations optimales seront choisis pour chaque liant préparé avec un pourcentage de sédiments. Des tests de microstructure et de minéralogie (MEB, DRX et IRTF) ont été réalisés afin de vérifier la formation de gels de géopolymérisation lors de l'utilisation de sédiments.

II. MATERIAUX ET METHODE

A. Préparation des matériaux

Quatre sources aluminosilicates ont été utilisées, la cendre volante **CV** de la société SURSCHISTE en tant que témoin et trois poudres nommées **CVS_n** préparées à partir d'un mélange de **CV** et de sédiments de dragage fluvial de Noyelles-sous-Lens **SD** avec *n* le pourcentage de sédiments (*n*=15, 30 et 50%). Ces mélanges ont subi un traitement thermo-mécanique afin d'augmenter la réactivité. Ce traitement consiste à faire une calcination à 800°C durant 2h suivie d'un broyage avec le broyeur à disques vibrants Retsch RS200 (750 rpm pendant 1 min). La température de calcination a été choisie suite aux résultats thermogravimétriques réalisées sur les sédiments. Concernant l'activateur alcalin, la poudre d'activation nommée **SS** est composée de 75% en masse de silicate de sodium commercial (fournisseur fisher) et 25% du soude NaOH. Le rapport molaire SiO₂/Na₂O dans **SS** est égale à 1,2. Un sable normalisé a été utilisé pour la formulation de mortiers.

B. Caractérisations des matériaux

Des caractérisations physico-chimiques, minéralogiques et environnementales ont été effectuées sur le sédiment brut **SD** et les sources aluminosilicates **CV**, **CVS15**, **CVS30** et **CVS50**. La minéralogie des poudres a été étudiée à travers des analyses DRX (appareil DRX Bruker D2 Advance). Les résultats de cette analyse ont révélé que les sédiments bruts contiennent trois phases principales : les silicates (silice), les carbonates (calcite) et les argiles (kaolinite, albite, muscovite). Les cendres volantes contiennent majoritairement de la silice et de la mullite.

Concernant les mélanges **CVSn** calcinés, ils contiennent de la silice, de la mullite et de la calcite dans le cas de CVS30 et CVS50 à cause du taux élevé de sédiments. Suite à la calcination des sédiments, les phases argileuses (kaolinite, albite, muscovite) sont transformées en phases amorphes. Un test environnemental de lixiviation a été réalisé sur les sédiments bruts et les sources aluminosilicates utilisées selon la norme (NF EN 12457-2, 2002). Les résultats montrent que ces poudres sont classées comme déchets inertes, conformément aux seuils définis par l'arrêté du 12 décembre 2014 relatif aux installations de stockage de déchets inertes. Les propriétés physico-chimiques des différents matériaux utilisés sont présentées dans le TABLEAU 1 ci-dessous.

TABLEAU 1 : Propriétés physico-chimiques des différents matériaux utilisés

<i>Propriétés Physiques</i>	<i>SD</i>	<i>CV</i>	<i>CVS15</i>	<i>CVS30</i>	<i>CVS50</i>
<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
<i>Éléments majeurs (%)</i>					
<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

C. Formulations

Considérant que l'un des freins au développement des géopolymères est la méthodologie d'activation (la préparation de la solution alcaline n'est pas facilement applicable sur site). Cependant, le processus d'activation implique des solutions alcalines aqueuses concentrées, qui sont corrosives, visqueuses et, en tant que telles, difficiles à manipuler (Luukkonen et al., 2017). Ce travail propose d'utiliser la méthode "One-Part-Geopolymer" qui facilite la formulation et contribue ainsi au développement de l'utilisation des géopolymères dans les applications de béton préfabriqué. Cette méthode innovante consiste à ajouter immédiatement de l'eau à un mélange solide composé de sources d'aluminosilicates (cendres volantes et sédiments calcinés), de granulats et d'une poudre d'activation composée de silicate de sodium commercial anhydre et d'hydroxyde de sodium. Les formulations de mortiers 4x4x16 cm³ ont été réalisées selon la norme (NF EN 196-1, 2016). En tout, 17 formulations ont été réalisées (4 pour chaque type de liant, CV, CVS15, CVS30, CVS50), tout en variant le rapport molaire $m = \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ entre 3 ; 3,5 ; 4 et 4,5 et on a ajouté le rapport 5 pour CVS50. Le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ varie en même temps avec le changement de la quantité d'activateur SS : pour les liants CV, CVS15 et CVS30 ce rapport est entre 2 – 4 par contre pour CVS50 il est entre 2 – 7. Les échantillons 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. Pour varier le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, on a optimisé la quantité de la poudre d'activation SS. Le rapport eau sur liant E/L (Eau par rapport à la source aluminosilicate) a été fixé à 0.5 pour toutes les formulations 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 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$.

D. Caractérisation mécanique

Le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ a un effet très important dans la réaction de géopolymérisation et par conséquent sur les performances mécaniques des mortiers géopolymères. Le but de cette caractérisation mécanique est de choisir une formulation optimale (rapport optimal) pour chaque liant préparé, c'est-à-dire pour chaque pourcentage de sédiments incorporés en termes de résistance à la compression. Les résistances à la compression à 7 et 28 jours ont été déterminées pour toutes les formulations sur 3 échantillons $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ selon la norme (NF EN 196-1, 2016) à l'aide de la presse mécanique / 5500R - 150 kN (Instron).

E. Caractérisation microstructurale des formulations optimales

La porosité est un indicateur de durabilité très important car les interactions avec le milieu extérieur passent par cette porosité. Les essais de poromercure ont été réalisés avec l'appareil Micromeritics Autopore V 9600 selon la norme (ISO 15901-1:2016, 2016). Les mesures ont été prises à 28 jours pour 3 échantillons de chaque formulation optimale.

La microscopie électronique à balayage (MEB) a été réalisée à l'aide d'un Hitachi S-4300SE/N équipé d'un détecteur Thermo Scientific Ultradry EDS sur les mortiers des formulations optimales sélectionnés à 28 jours afin d'évaluer la principale phase minérale formée. L'image électronique secondaire (SE) sur un échantillon non poli recouvert d'or (une fine couche conductrice) a été utilisée pour visualiser une image de la morphologie.

Pour ces deux essais, les éprouvettes ont été séchées à 40°C jusqu'à stabilisation de la masse.

III. RESULTATS

A. Optimisation du rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ en terme de performance mécanique

La FIGURE 1 montre les résultats de la résistance à la compression. Le rapport molaire optimal $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ est de 3,5 pour les poudres CV, CVS15, CVS30 et 5 pour CVS50 avec un rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de 2.6 pour CV-3.5 ; 2.8 pour CVS15-3.5 ; 3 pour CVS30-3.5 et 2,3 pour CVS50-5. D'après ces résultats, la résistance à la compression augmente entre 7 et 28 jours de cure. Les résultats montrent que l'augmentation du rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ à une valeur optimale a provoqué une amélioration significative de la résistance à la compression avant de diminuer de nouveau pour un rapport plus élevé (pour CV, CVS15 et CVS30). La tendance à l'augmentation et à la diminution de la résistance à la compression observée en augmentant le rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ est similaire à celle rapportée dans la littérature pour les géopolymères (Duxson et al., 2007; Kioupis et al., 2020). Selon Kioupis et al., 2020, l'introduction de silicium supplémentaire par la solution d'activation améliore les performances mécaniques. En se référant à Duxson et al., 2007, les ions silicium supplémentaires améliorent la formation de la matrice géopolymère en agissant comme des points de nucléation pour les réactions de polycondensation. L'ajout de silice au-delà de l'optimum a un effet négatif sur le développement de la résistance. Il semble que l'excès d'ions silicium dans la solution d'activation limite la dissolution du précurseur d'aluminosilicate en inhibant la réaction de dissolution (Kioupis et al., 2020). Il semble également que la valeur optimale du rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ varie d'un liant à l'autre en raison de la vitesse de dissolution, qui

peut varier considérablement d'un liant à l'autre. Ceci pourrait être expliqué par la différence du taux de SiO₂ réactif. Sur la base de ces résultats, les résistances mécaniques des formulations préparés par les liants **CVS_n** sont supérieures à celles du témoin. L'augmentation de la résistance avec l'ajout de sédiments peut être expliquée de deux points de vue. Le premier étant physique, l'ajout de sédiments a augmenté la finesse de la source aluminosilicates et par conséquent sa réactivité, entraînant une augmentation de la résistance. Le second étant chimique, l'ajout de sédiments a augmenté le pourcentage de CaO comme le montre l'analyse de la fluorescence de rayons X (FX) (**TABLEAU 1**). Cela pourrait entraîner la formation de nouveaux gels à côté du N-A-S-H comme le C-A-S-H et le C-S-H. Selon Yip et al. (Yip et al., 2005), qui ont travaillé sur l'alcali-activation du metakaolin et du laitier, les résistances à la compression sont nettement améliorées suite à la coexistence de gels C-S-H, C-A-S-H et N-A-S-H avec l'ajout du laitier. Par conséquent, les sédiments peuvent être utilisés comme source d'aluminosilicate pour le processus de géopolymérisation (Lirer et al., 2017; Mostefa et al., 2018).

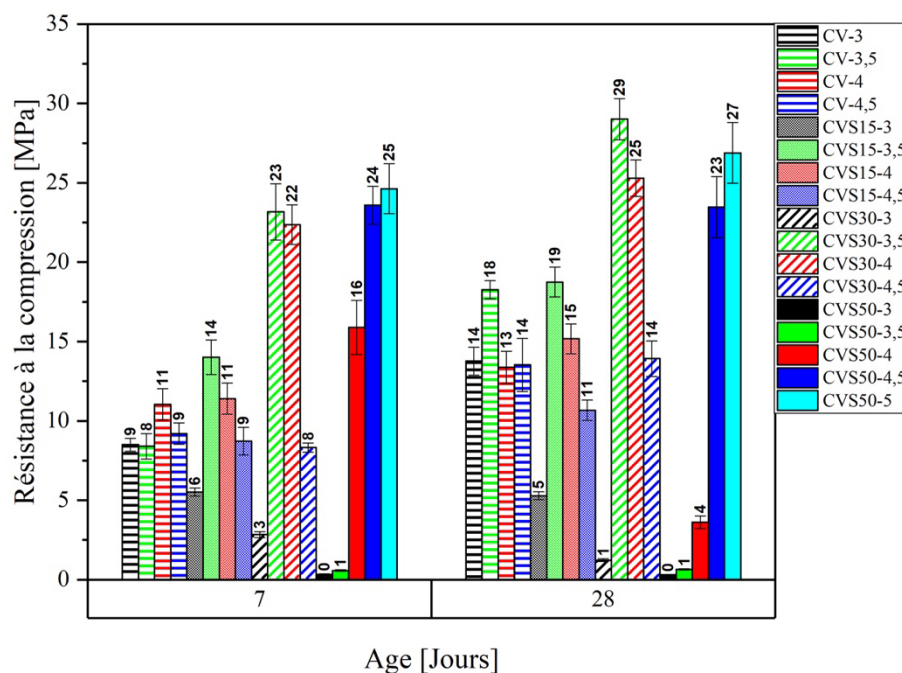


FIGURE 1 : Résistance à la compression de toutes les formulations

B. Caractérisation microstructurale des formulations optimales

La porosité au mercure des quatre formulations optimales (CV-3,5 ; CVS15-3,5 ; CVS30-3,5 ; CVS50-5) a été mesurée. Le pourcentage total de porosité au mercure de chaque formulation a été calculé (CV-3,5 : 19,08% ; CVS15-3,5 : 19,32% ; CVS30-3,5 : 19,11% ; CVS50-5 : 17,21%). La FIGURE 2 montre la distribution des pores des mesures de poromercure effectuées sur toutes les quatre formulations optimales. Il existe deux familles de taille des pores pour chaque formulation : (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. L'augmentation du pourcentage de sédiments a entraîné une augmentation de la finesse des pores. La FIGURE 3 montre la classification de la porosité en fonction du diamètre des pores et elle permet de distinguer quatre types de porosité : la porosité inoffensive (<20 nm), la porosité moins nocive (20-50 nm), la porosité nocive (50-200 nm) et la porosité plus nocive (>200 nm) (Zhao et al., 2021). Cette classification peut être

considérée comme un indicateur de durabilité. Ces résultats montrent une augmentation du pourcentage des porosités fines lors de l'ajout de sédiments. En effet, pour CVS30-3,5 et CVS50-5, le pourcentage de pores fins (c'est-à-dire inoffensifs) augmente, expliquant ainsi leur résistance à la compression élevée par rapport aux autres. La diminution de la taille des pores avec l'augmentation de la quantité de sédiments peut s'expliquer d'un point de vue physique, par l'empilement granulaire des sédiments non réagis en raison de leur finesse. De plus, cette diminution peut être liée chimiquement à la formation d'un nouveau gel géopolymère (C-A-S-H) en raison de la quantité de calcium dans les sédiments (Yip et al., 2005).

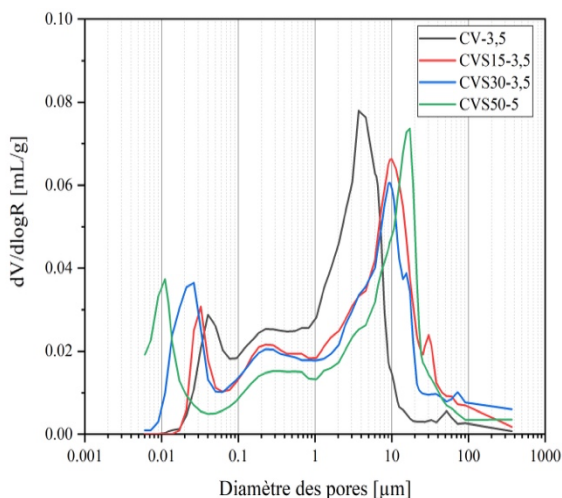


FIGURE 2 : Distribution des pores

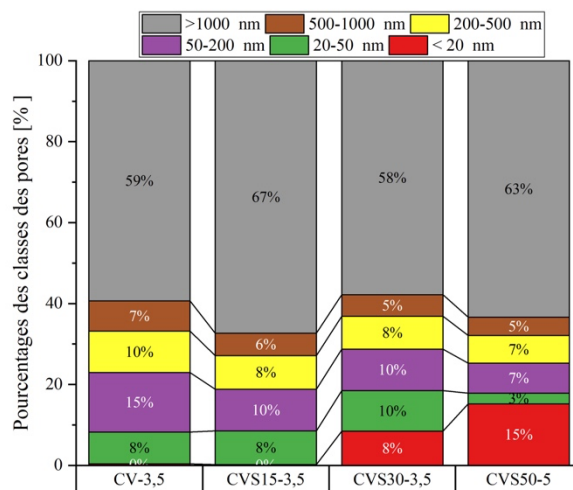


FIGURE 3 : Classification des familles des pores

La FIGURE 4 montre les observations de la morphologie des deux mélanges de mortiers (CV-3,5 et CVS30-3,5) au MEB. Ces observations 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 CVS30-3,5 selon les résultats EDS) présentés par des blocs lisses (Zerzouri et al., 2022, 2021), ainsi que la formation de produits secondaires, parmi lesquels des zéolithes (Faujasite - Zéolithe X ou Y, Sodalite, Zéolithe A et Na-chabazite...) (Hafid and Hajjaji, 2018; Liu et al., 2016; Zerzouri et al., 2022, 2021). Selon la littérature, les gels amorphes N-A-S-H ont une forme lisse, tandis que les cristaux de zéolithes sont représentés comme des polyèdres réguliers ou irréguliers où les particules peuvent être sphériques ou irrégulières (Liu et al., 2016; Zerzouri et al., 2021). Hafid et Hajjaji (Hafid and Hajjaji, 2018) ont travaillé sur la géopolymérisation de l'argile calciné à 700 °C durant 2h contenant du verre et du silicate. D'après leurs résultats de MEB, ils ont montré la formation de Na-Chabazite sous forme d'aiguilles denses comme produit secondaire de la géopolymérisation. La formation de ces produits de géopolymérisation a été validée par des essais DRX et IRTF sur des pâtes présentant les quatre formulations optimales choisies.

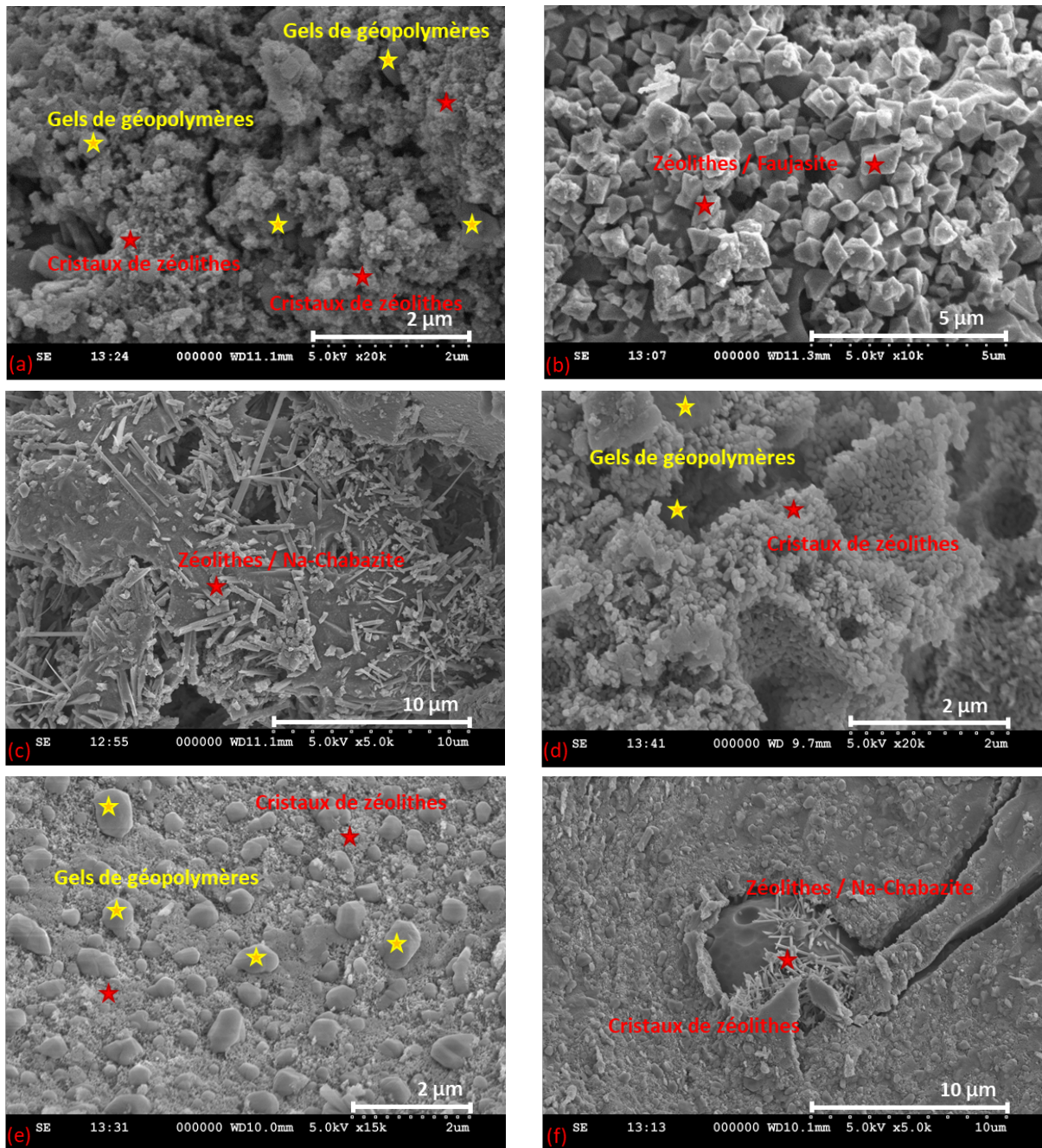


FIGURE 4 : Observations morphologiques MEB des mortiers CV-3,5 (a, b, c) et CVS30-3,5 (d, e, f)

CONCLUSION

Ce travail a porté sur la valorisation des sédiments de dragage dans un éco-liant géopolymère. L'effet de l'incorporation des sédiments comme un substituant des cendres volantes a été étudié, ainsi que l'effet du rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Les résultats de cette étude ont montré que :

- La substitution des cendres volantes par des sédiments améliore les performances mécaniques et conduit à l'augmentation du pourcentage des porosités très fines ($< 50 \text{ nm}$), qui peuvent contribuer à améliorer la durabilité des mortiers.

- L'amélioration de ces propriétés avec l'ajout de sédiments est liée à deux phénomènes : la finesse des sédiments, qui jouent le rôle de zone de nucléation dans la matrice et la coexistence de gels C-A-S-H et N-A-S-H.

- Les essais de caractérisations microstructurales ont confirmé la formation de gels géopolymères et des cristaux de zéolithes comme produits secondaires. Ainsi, les sédiments de dragage peuvent constituer une source d'aluminosilicates pour la formulation d'éco-liants géopolymères.

- 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. Le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ varie entre 2.3 et 3 selon la formulation optimale. Ceci peut être expliqué par la différence de réactivité de la silice dans chaque source d'aluminosilicate.

Par ailleurs, la durabilité est un critère important pour le choix d'un matériau de construction. Par conséquent, elle sera étudiée pour évaluer la stabilité chimique (lixiviation, carbonatation accélérée), la stabilité volumique (retraits, attaques sulfatiques), la stabilité thermique (gel/dégel) des matrices géopolymères optimales.

REFERENCES

- Article 85 - LOI n° 2016-816 du 20 juin 2016 pour l'économie bleue (1) - Légifrance [WWW Document], 2016.
- 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>
- Hafid, K.E., Hajjaji, M., 2018. Geopolymerization of glass- and silicate-containing heated clay. *Construction and Building Materials* 159, 598–609. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.018>
- 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., Tsvivilis, 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>
- 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 mechnanosynthesis. *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 mechnanosynthesis 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>