

Stabilisation du gonflement d'une montmorillonite par l'utilisation d' α,ω -diaminoalcanes en tant qu'inhibiteur de gonflement

Montmorillonite swelling stabilization using α,ω -diaminoalkanes as swelling inhibitors

Loren MASSON^{1,2,3}, Myriam DUC¹, Jeanne-Sylvine GUEDON¹, Ann BOURGES⁴, Jean-Didier MERTZ^{2,3}, Emmanuel KEITA⁵

¹ Université Gustave Eiffel, IFSTTAR, laboratoire GERS/SRO, Marne-la-Vallée, France

² Laboratoire de Recherche des Monuments Historiques, Champs-sur-Marne, France

³ Centre de Recherche sur la Conservation (CRC), MNHN-CNRS-MC, Paris, France

⁴ Centre de recherche et de restauration des musées de France (C2RMF), Institut de Recherche Chimie Paris, PSL Research University, Chimie ParisTech-CNRS UMR8247, Paris, France

⁵ Université Gustave Eiffel, Laboratoire NAVIER, Marne-la-Vallée, France

RÉSUMÉ – La construction en terre crue est une voie intéressante pour la valorisation de terres de chantiers. Néanmoins, toutes les terres excavées ne sont pas utilisables telles quelles car trop riches en minéraux argileux sensibles à l'humidité (gonflement/retrait en phase d'humidification/séchage). Les tensioactifs de type diaminoalcanes utilisés dans cette étude offrent une alternative de traitement pour stabiliser les argiles.

ABSTRACT – Raw earth construction is an interesting way for valorizing excavated earth from construction site. However, some earths contain too high clay content or water sensitive clay minerals preventing their reuse considering swelling/shrinkage under wetting/drying. Surfactants such as diaminoalkanes acting as swelling inhibitors/reducers represent an alternative to treat earths.

1. Introduction

Les minéraux argileux appartenant à la famille des smectites peuvent gonfler quand ils sont en contact avec de l'eau. Lors d'une diminution de l'humidité relative ambiante, les argiles atteignent un nouvel équilibre impliquant une contraction de leur volume. La répétition de cycles d'humidification/séchage à l'échelle de la microstructure des minéraux argileux sont responsables de pathologies (Doehne et Price 2010) telles que des fissures, des fentes de dessiccations (dans les sols argileux notamment) ou encore des pertes de matière par desquamation (sur les matériaux en terre crue). Une solution permettant de limiter ces phénomènes est d'utiliser des tensioactifs en tant qu'inhibiteur de gonflement.

Les tensioactifs sont des molécules dites amphiphiles c'est-à-dire qu'elles possèdent un groupement polaire hydrophile (tête de la molécule) et un groupement apolaire hydrophobe (corps de la molécule). La tête peut être cationique, anionique, amphotère ou non-ionique. La tête de la molécule cationique est chargée positivement en solution alors que celle d'une molécule anionique est chargée négativement en solution et pour une molécule amphotère, la tête possède une charge positive et/ou une charge négative en fonction du pH du milieu. Les molécules non-ioniques ne sont pas chargées lorsqu'elles sont en solution.

L'inhibition du gonflement peut se faire par échange entre les cations compensateurs des minéraux argileux (ceux présents dans l'espace interfoliaire) et les molécules du

tensioactif (Wangler et Scherer 2009; Bourgès et Simon 2018) ou en rendant la surface hydrophobe, c'est-à-dire en bloquant chimiquement l'accès des pores à l'eau (Moslemzadeh, Reza Shadizadeh, et Moomenie 2015).

Le but de cette étude est de comparer à l'échelle macroscopique (échelle de l'éprouvette centimétrique) les effets de différents produits d'une même famille chimique (les α,ω -diaminoalcanes, échangeurs cationiques) sur la variation volumique sous sollicitation hygrique. Ces produits ont déjà été testés sur de la pierre en œuvre et une bentonite sodique (Wangler et Scherer 2009) ou sur des briques en terre crue reconstituées (Bourgès et Simon 2018). Des tests de dilatation sous sollicitation hygrique, ainsi que des tests mécaniques en compression simple ont été réalisés. La microstructure est observée par imagerie au microscope électronique à balayage environnemental (MEBE) ainsi que par porosimétrie par intrusion de mercure. L'objectif est d'évaluer l'efficacité des traitements appliqués à concentration massique constante et de caractériser l'influence du traitement sur différentes propriétés du matériau.

2. Matériaux et protocoles

2 – 1. Matériaux testés et tensioactifs

L'argile testée est une montmorillonite (de Sardaigne), commercialisée par la société des Argiles du Bassin Méditerranéen (ABM). Elle est constituée à plus de 95% de montmorillonite (avec le calcium comme principal cation compensateur de la charge de surface correspondant à la capacité d'échange cationique ou CEC), les 5% restant correspondent à de l'illite/muscovite, de la kaolinite, et du quartz. Les caractéristiques physiques de cette argile sont données dans Tableau 1 et la granulométrie /sédimentométrie du mélange argile/sable (30/70) testé dans cette étude est donnée sur la Figure 1.

Tableau 1 - Caractéristiques physiques de la montmorillonite utilisée

w_p (%)	97
w_l (%)	135-145
I_p (%)	38-48
CEC (meq/100g)	102±6,1
V_{bs} (g/100g)	295,1 ± 3,4
Densité (g/cm ³)	2,4 – 2,6

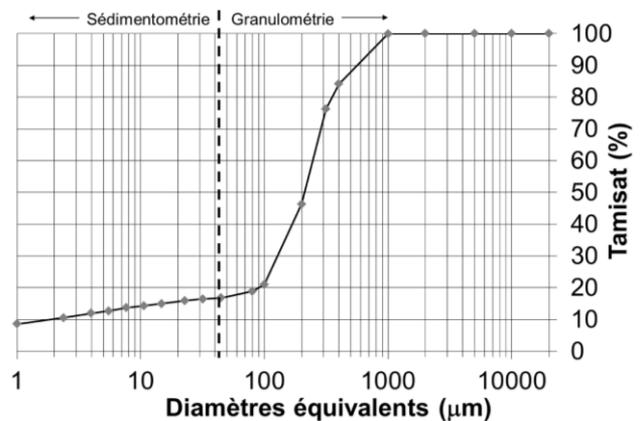


Figure 1 - Courbe de sédimentométrie et de granulométrie du mélange argile/sable (30/70)

Les tensioactifs (α,ω -diaminoalcanes) utilisés sont commercialisés par Sigma-Aldrich. Ces molécules sont linéaires avec une chaîne carbonée de longueur variable avec 2, 3, ou 8 carbones (Tableau 2). Ces molécules peuvent ainsi se déformer et présentent un poids moléculaire et des tailles variables. Leurs structures sont cependant similaires avec pour chacune la présence de deux groupements $-NH_3^+$ de grande affinité pour les surfaces basales négatives des feuillets argileux des montmorillonites, permettant l'échange avec les cations compensateurs des argiles.

Tableau 2 - Liste des tensioactifs testés. C : cationique, EC: échange cationique.

Nom	Abréviation	Formule	Type	Interaction
Référence	Ref	-	-	-
Ethylènediamine	DC2	$^+H_3N-(CH_2)_2-NH_3^+$	C	EC
1,3-diaminopropane	DC3	$^+H_3N-(CH_2)_3-NH_3^+$	C	EC
1,8-diaminooctane	DC8	$^+H_3N-(CH_2)_8-NH_3^+$	C	EC

2 – 2. Préparation des éprouvettes argile/sable/tensioactif

La composition des éprouvettes est détaillée dans le Tableau 3. Les valeurs sont données en pourcentage massique par rapport à la masse totale humide de l'éprouvette. Le mélange argile/sable testé comprend 30% d'argile, car cette valeur représente généralement le seuil à partir duquel l'argile gouverne le comportement du matériau (généralement les matériaux de construction terre crue ne comportent pas plus de 20 à 30% d'argile selon Graham McHenry (1989)). La quantité de tensioactif a été fixée à 1,2wt%. Les molécules n'ont pas toutes le même poids moléculaire alors que le nombre de charges positives par molécule est toujours de 2. Ainsi, le taux d'échange cationique théorique potentiellement fourni par les molécules a été calculé et est donné dans le Tableau 3. Il correspond au nombre de charges positives (soit les 2 têtes azotées des molécules – voir Tableau 2) apportées par la masse de tensioactif ajouté, divisé par le nombre de charges négatives de l'argile (donné par la CEC de la montmorillonite) et de la masse de cette dernière dans le mélange. La quantité d'eau à ajouter au mélange de matériaux préalablement séché sous air ($w_{mont.}$ résiduelle $\approx 15\%$) a été déterminée à partir des limites d'Atterberg de façon à se placer légèrement au-dessus de la limite de plasticité ($w_p = 97\%$). Pour les pâtes des éprouvettes, elle est d'environ 105% (par rapport à la masse d'argile sèche à 105°C, soit 21% de la masse totale de la pâte).

Tableau 3 - Proportions massiques (en %) des différents composants des éprouvettes argile/sable/tensioactif, taux d'échange théorique (%) et pH des solutions de tensioactifs

Nom	Sable (wt%)	Mont. (wt%)	Eau (wt%)	Tensioactif (wt%)	Masse molaire (g/mol)	Taux d'échange théorique (%)	pH des solutions de tensioactif
Ref	55,1	23,6	21,3	0,0	-	-	≈ 5
DC2	54,5	23,3	21,0	1,2	60,10	170	≈ 12
DC3	54,5	23,3	21,0	1,2	74,12	138	≈ 12
DC8	54,5	23,3	21,0	1,2	144,26	71	≈ 12

Les éprouvettes cylindriques de 45 mm de hauteur par 22 mm de diamètre sont façonnées à l'aide d'une presse mécanique par compactage statique. Une masse de $33,00 \pm 0,05g$ de pâte est prélevée puis insérée en une fois dans un moule cylindrique. A l'aide d'un piston, la pâte est compressée jusqu'à atteindre une contrainte de 0,15 MPa. Les éprouvettes sont ensuite démoulées le plus rapidement possible après le moulage (dans la demi-journée après le moulage) et mises à sécher à 23°C/50%HR pendant au moins 5 jours avant la réalisation des tests.

2 – 3. Déformation volumique des éprouvettes sous sollicitation hygrique

L'évaluation du gonflement des éprouvettes est réalisée à l'aide d'un banc dilatométrique constitué de capteurs de déplacement linéaire (LVDT) placés dans une enceinte climatique de type Vötsch VCL 4006. Les éprouvettes sont ensuite soumises à des cycles d'humidification/séchage entre 90%HR et 30%HR à 23°C. Les cycles sont répétés à *minima* sur 3 éprouvettes, permettant ainsi de calculer la variabilité du résultat.

2 – 4. Essais mécaniques en compression

L'essai en compression simple est réalisé sur les éprouvettes avec et sans traitement. La presse utilisée est fournie par Proviteq, avec un capteur de force de 15kN. L'essai est

réalisé à une vitesse de 0,3 mm/min. Avant l'essai, les éprouvettes sont polies manuellement avec un papier de verre fin pour avoir des surfaces les plus planes et parallèles possibles, puis elles sont pesées et mesurées. Trois éprouvettes non traitées et deux éprouvettes après chaque traitement sont testées.

2 – 5. Essais complémentaires

Des mesures gravimétriques d'isothermes de sorption d'eau sont réalisées à l'aide d'un analyseur Igasorp de chez Hiden Isochema sur 4 mg de montmorillonite traitée ou non. Ces mesures permettent de déterminer la quantité d'eau adsorbable par l'argile en fonction du temps et des variations d'humidité relative. Des mesures par diffraction des rayons X (diffractomètre D8 Advance – Brüker, tube à anode Co) permettent également de suivre la dilatation à l'échelle du feuillet de l'argile non traitée et traitée, grâce à la mesure de la distance interfoliaire à basse et haute humidité relative. Enfin, la microstructure est caractérisée au MEBE (Quanta 400, FEI) et par porosimétrie par intrusion au mercure (Autopore™ IV 9500, Micromeritics).

3. Résultats et discussions

3 – 1. Déformation volumique des éprouvettes et variation de la prise en eau

Le suivi en continu des amplitudes de gonflement et de retrait axial sous sollicitation hygrique sur des éprouvettes argile/sable non traitées et traitées aux α,ω -diaminoalcanes (Figure 3a) montre que le type de tensioactif (DC2, DC3 et DC8) a un impact sur l'amplitude de gonflement. Malgré une variabilité importante sur les valeurs de dilatation maximale des éprouvettes de référence (Figure 3b), une tendance se dégage sur les éprouvettes traitées.

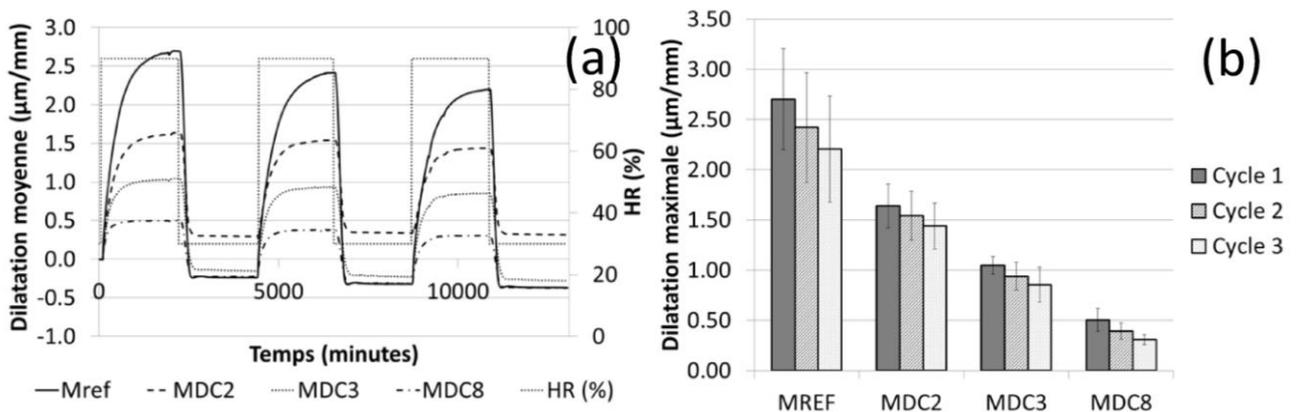


Figure 2. Variation volumique moyenne (a) et dilatation maximale (b) des éprouvettes non traitées et traitées au DC2, DC3 et DC8 sur 3 cycles d'humidification/séchage.

Pour une même quantité massique de produit ajouté lors du moulage des éprouvettes, on observe une diminution de la dilatation des éprouvettes avec le nombre de carbones de la chaîne carbonée du tensioactif alors que le taux d'échange diminue (voir le Tableau 3). Cela implique que le taux d'échange d'ions n'est pas le seul facteur influençant la prise en eau de l'argile et n'est pas le seul mécanisme d'interaction argile-tensioactif. De plus, l'amplitude de dilatation hygrique diminue avec le nombre de cycles (Figure 3b). Une augmentation de la compacité ou une réorganisation au niveau de la microstructure a potentiellement lieu lors des phases de séchages, comme observé sur des échantillons de sol remanié (Duc et al.2014).

En complément, des mesures DVS de sorption d'eau vapeur sur la montmorillonite non traitée et traitée au DC2 et DC8 sur la Figure 4a montrent que la prise en eau de la montmorillonite augmente de manière continue avec l'augmentation de l'humidité relative,

et ce quel que soit le traitement (avec une accélération autour de 60%HR). A 90%HR, la montmorillonite non traitée a pris 30% de sa masse (par rapport à la masse à 0% HR), tandis que les poudres traitées au DC2 et au DC8 ont respectivement une prise de masse de 17% et de 10%. Le traitement implique donc une nette diminution de l'affinité entre la montmorillonite et les molécules d'eau, ce qui induit la diminution de l'amplitude de gonflement macroscopique comme montré sur la Figure 3b. En effet, les molécules de tensioactif possèdent des chaînes carbonées leur conférant un caractère hydrophobe marqué. La molécule de DC8, qui possède une chaîne de 8 carbones, génère un caractère hydrophobe plus important que la molécule de DC2 qui ne contient que 2 carbones. Le traitement au DC8 diminue davantage l'affinité entre l'argile et l'eau des surfaces internes et externes de l'argile par rapport au traitement au DC2. Cela explique la prise en eau moins importante pour la montmorillonite traitée au DC8 par rapport à celle traitée au DC2, et ce malgré le taux d'échange plus faible avec le DC8 comparé au DC2. Le caractère hydrophobique de la molécule est donc un paramètre déterminant dans la diminution de la prise en eau de l'argile.

Cette évolution se traduit également à l'échelle des feuillets argileux analysés par DRX (Figure 4b). En effet, la variation de l'espace interfeuille soumis à une contrainte hygrique de gonflement cristallin donné diminue alors que la longueur de la chaîne carbonée du tensioactif augmente (Masson et al. 2020). L'inhibition du gonflement cristallin devient quasi-totale avec l'utilisation des diaminoalcanes à une concentration en solution de 1,96wt% (taux d'échanges théorique > 100%). Contrairement au gonflement macroscopique sur la Figure 4b mesuré sur les éprouvettes sable/montmorillonite, le gonflement cristallin n'évolue pas linéairement avec la prise en eau de la montmorillonite. Cela signifie que le traitement, que ce soit le DC2 ou le DC8, empêche l'eau de rentrer dans l'espace interfoliaire ou que celle-ci ne s'y fixe pas. L'effet est d'autant plus marqué que le taux de substitution diminue, ce qui devrait diminuer l'efficacité du traitement si le seul processus d'échange d'ions était en jeu.

Les résultats obtenus par DVS et DRX suggèrent donc que la réduction du gonflement n'est pas uniquement reliée au taux de substitution des cations échangeurs, mais également à la composante hydrophobe du tensioactif et/ou à l'encombrement stérique de la molécule, rendant certains sites d'adsorption inaccessibles à l'eau.

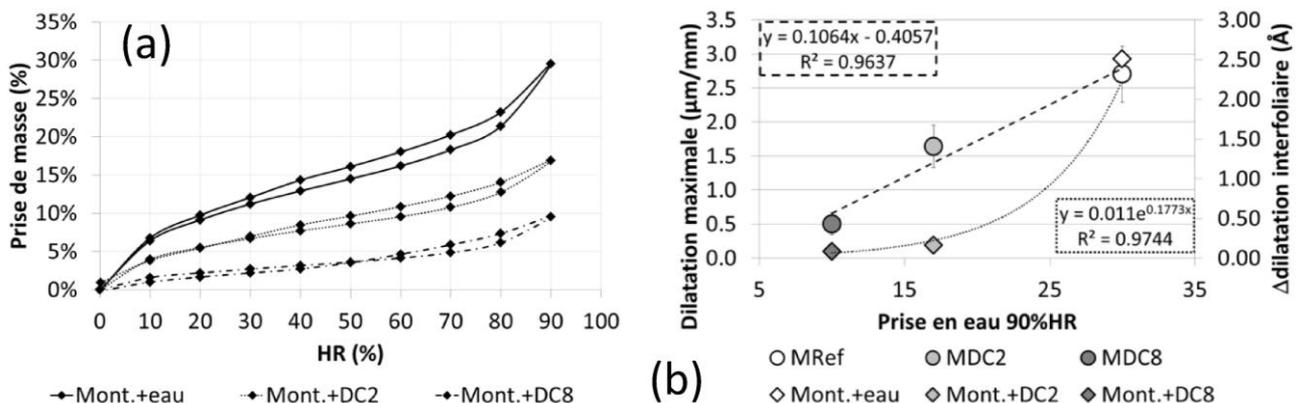


Figure 3. (a) - Isothermes de sorption d'eau (DVS) sur la montmorillonite non traitée et traitée au DC2 et DC8. (b) - Gonflement maximal macroscopique (cercles) sur les échantillons de sable/montm. et variation de la distance interfoliaire (losanges) de la montmorillonite en fonction de la prise de masse par adsorption d'eau à 90%HR.

3 – 2. Résistance mécanique en compression et propriétés macroscopiques

Bourges et Simon (2018) ont montré qu'un excès de tensioactif peut avoir des conséquences néfastes pour le matériau terre crue. On peut notamment observer une augmentation de la porosité et une diminution significative des propriétés mécaniques.

Pour illustrer cet effet, un essai de compression simple est appliqué sur des éprouvettes de sable/montmorillonite préparées à concentration massique initiale fixe en tensioactifs soit 1,2wt% (cf Tableau 3) après un séchage à température et humidité ambiante. La résistance mécanique maximale à la rupture (R_c) des éprouvettes sèches diminue de $0,86 \pm 0,11$ MPa pour les éprouvettes traitées au DC2 à $0,30 \pm 0,06$ MPa pour les éprouvettes traitées au DC8 ce qui confirme les observations dans la littérature. De manière corrélée, plus la longueur de la chaîne carbonée du tensioactif augmente, plus la masse volumique apparente des éprouvettes après séchage à l'air libre ($\rho_{25^\circ\text{C}}$) diminue (Figure 5b). Cette perte de densité est en partie responsable de la diminution de la R_c . Notez cependant la variabilité importante des mesures qui ne permet pas de clairement discerner une différence entre les éprouvettes non traitées et celles traitées au DC2.

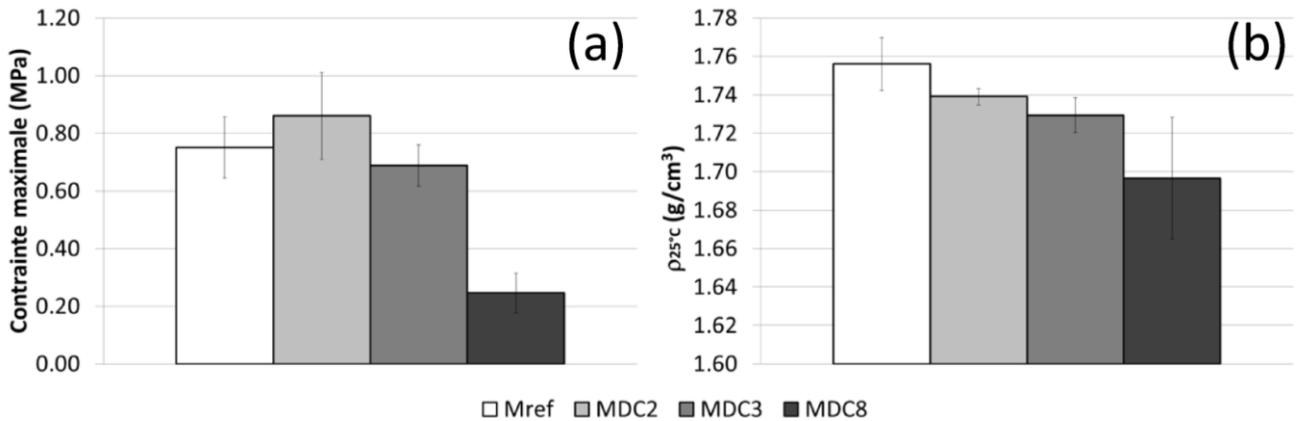


Figure 4 - (a) Résistance à la rupture en compression des éprouvettes séchées à l'air libre - (b) Masse volumique apparente des éprouvettes séchées à l'air libre (25°C).

Pour compléter la caractérisation des éprouvettes et mieux les comparer, leurs propriétés sont répertoriées dans le Tableau 4. La masse volumique des particules de solide (ρ_s) est estimée à $2,68 \text{ g/cm}^3$, la masse volumique de l'eau (ρ_w) est estimée à 1 g/cm^3 .

Tableau 4. Propriétés des éprouvettes après séchage à l'air libre (25°C) et après séchage à 105°C. Vs : volume des particules solides ; Vw : volume de l'eau ; Vv : volume des vides ; Sr : degré de saturation ; e : indice des vides ; n_{Hg} : porosité mesurée par intrusion de mercure ; n : porosité calculée

Éprouvettes	$m_{25^\circ\text{C}}$ (g)	$V_{25^\circ\text{C}}$ (cm ³)	$\rho_{25^\circ\text{C}}$ (g/cm ³)	$w_{105^\circ\text{C}}$ (%)	$m_{105^\circ\text{C}}$ (g)	Vs (cm ³)	Vw (cm ³)
Formule utilisée	mesuré	mesuré	$m_{25^\circ\text{C}}/V_{25^\circ\text{C}}$	mesuré	$\frac{m_{25^\circ\text{C}} - w_{105^\circ\text{C}} \cdot m_{25^\circ\text{C}}}{w_{105^\circ\text{C}}}$	$m_{105^\circ\text{C}}/\rho_s$	$m_{25^\circ\text{C}} \cdot w_{105^\circ\text{C}}$
Mref	25,24±0,21	14,37±0,13	1,76±0,01	4,96±0,04	23,99±0,17	8,95±0,06	1,25±0,01
MDC2	24,49±1,37	14,08±0,75	1,74±0,00	2,56±0,20	23,86±1,29	8,90±0,48	0,63±0,08
MDC3	24,82±0,60	14,35±0,27	1,73±0,01	2,58±0,05	24,18±0,59	9,02±0,22	0,64±0,00
MDC8	24,70±0,03	14,56±0,29	1,70±0,03	2,55±0,00	24,07±0,03	8,98±0,01	0,63±0,00

Éprouvettes	Vv (cm ³)	Sr (%)	e	n_{Hg} (%)	n (%)	$n_{\text{Hg}} - n$
Formule utilisée	$V_{25^\circ\text{C}} - V_s$	V_w/V_v	$(\rho_s - \rho_{25^\circ\text{C}})/(\rho_{25^\circ\text{C}} - S_r \cdot \rho_w)$	mesuré	$e/(1+e)$	-
Mref	5,42±0,11	23±1	0,61±0,01	30,7	37,7±0,5	7,1
MDC2	5,18±0,27	12±1	0,58±0,00	31,2	36,8±0,0	5,6
MDC3	5,33±0,05	12±0	0,59±0,01	31,4	37,1±0,4	5,7
MDC8	5,58±0,28	11±1	0,62±0,03	33,3	38,3±1,2	5,0

Tout comme avec la masse volumique apparente, la résistance en compression R_c (σ_{max}) et la porosité (n) sont clairement des paramètres liés comme on peut le voir sur la Figure 6. Non seulement les tensioactifs ont un impact sur la capacité du sol à absorber de l'eau mais également sur sa microstructure.

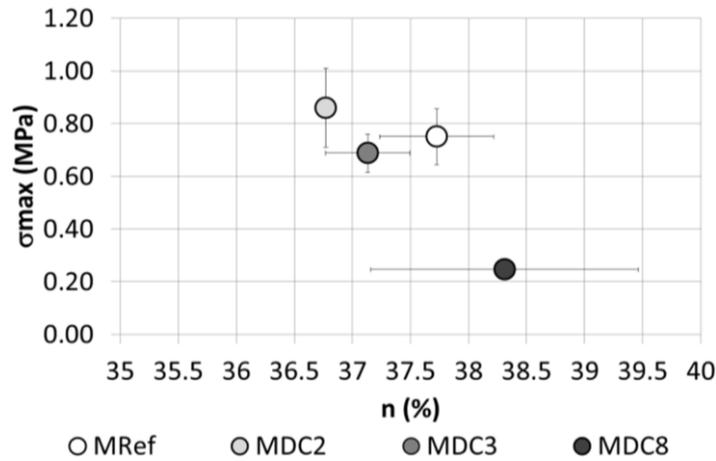


Figure 5. Contrainte à la rupture en fonction de la porosité calculée n

Les images au microscope électronique à balayage sur la Figure 7 a et b montrent en effet la présence d'une macroporosité, la non-continuité du film argileux entourant les grains de sable (éprouvette traitée ou non) (la fraction argileuse à 30% ne permet pas de remplir tous les macropores), ainsi qu'une texture de la fraction argileuse différente avant et après traitement. Un aspect plus « sableux » est observé pour l'éprouvette traitée au DC8 compte tenu de la perte de plasticité de l'argile suite à la réduction de la charge de surface par échange cationique et au caractère hydrophobe acquis par la surface de l'argile. La porosité mesurée par porosimétrie au mercure (Figure 7c) confirme la présence de macropores entre 45 μm (Mref) et 24 μm (MDC8) de diamètre associée à l'empilement des grains de sable. Des nanopores entre 10 nm et 3 nm de diamètre sont liés à la fraction argileuse (absence de micropores ou de pores capillaires dans les mélanges argile/sable). Notez que toute la porosité n'est pas accessible au mercure. La différence entre la porosité n_{Hg} et la porosité calculée n dans le Tableau 4 correspond aux pores non accessibles par le mercure, c'est-à-dire aux pores inférieurs à 3 nm de diamètre ou à la porosité piégée. Dans l'éprouvette de référence non traitée, 7,1% de pores inférieurs à 3 nm de diamètre ou de porosités piégée sont présents, tandis que dans les éprouvettes traitées, ils représentent 5,6%, 5,7% et 5,0% pour MDC2, MDC3 et MDC8 respectivement. Cette porosité (< 3 nm ou piégée) diminue avec le traitement.

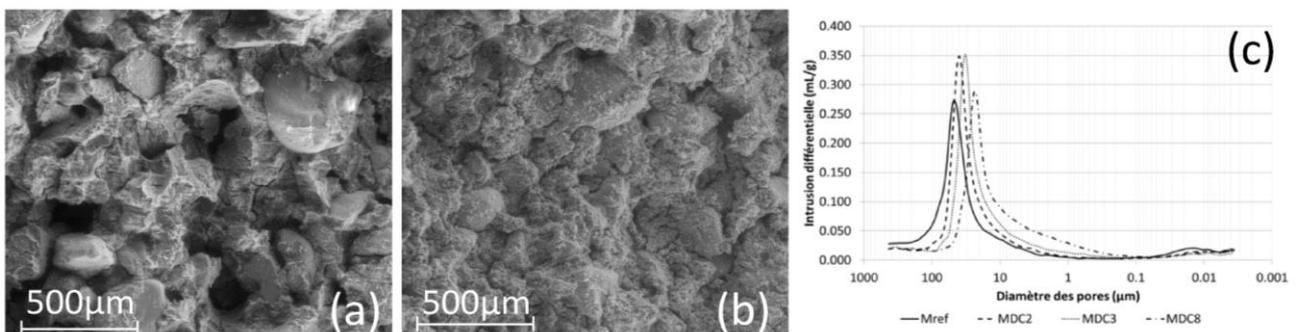


Figure 6. Images au MEB d'une éprouvette Mref (a), d'une éprouvette MDC8 (b) et distribution porale des éprouvettes Mref, MDC2, MDC3 et MDC8 déterminée par porosimétrie au mercure (c).

Enfin, en calculant l'aire sous la courbe de la Figure 7c entre 200 et 0,1 μm sur les 4 courbes (méthode des trapèzes), une augmentation progressive apparaît soit 0,147, 0,158, 0,167, 0,180, pour MRef, MDC2, MDC3 et MDC8 respectivement. Ainsi bien que le diamètre moyen d'entrée des macropores diminue avec le traitement, un « étalement » de la macroporosité apparaît avec la longueur de la chaîne carbonée. Cela traduit une augmentation de la porosité accessible au mercure compatible avec l'état plus « agrégé » ou d'aspect sableux des éprouvettes sable/montmorillonite testées.

4. Conclusions et perspectives

Cette recherche montre l'influence de tensioactifs cationiques appartenant à la famille des diaminoalcanes sur la déformation axiale sous sollicitation hygrique et la résistance en compression simple d'éprouvettes centimétriques de montmorillonite/sable/tensioactif. Les effets macroscopiques ont été couplés aux modifications microstructurales afin d'illustrer les modifications macroscopiques dues au traitement, à l'échelle microscopique.

Pour une même masse de produit initiale, que ce soit pour la dilatation en phase vapeur ou pour les propriétés mécaniques, la longueur de la chaîne carbonée a une influence sur la modification des propriétés. En effet, plus la chaîne carbonée est longue (DC8), plus le gonflement macroscopique est limité et plus la résistance à la compression est faible. Pour une chaîne carbonée plus courte (DC2), le gonflement macroscopique est sensiblement réduit alors que le gonflement cristallin est totalement inhibé. La résistance à la rupture est alors proche de celle des éprouvettes non traitées. Les résultats ont montré que le processus d'échange cationique n'est pas le seul responsable de l'inhibition du gonflement (taux de substitution plus faible pour DC8 que pour DC2) mais que la partie hydrophobique (chaîne carbonée) de la molécule joue un rôle important. La diminution de la prise en eau à forte hygrométrie (90%HR) mesurée au DVS, avec la longueur de la chaîne carbonée confirme les précédentes observations. Des mesures d'angles de contacts entre l'eau et l'argile traitée permettront de confirmer et de quantifier ultérieurement cette augmentation d'hydrophobie.

Finalement, l'optimisation du traitement aux diaminoalcanes, notamment l'évaluation de la quantité de produit à utiliser en fonction de la CEC du sol à traiter afin de trouver un optimum quantité – efficacité, doit encore progresser grâce à une meilleure compréhension des interactions argiles/tensioactifs..

5. Références

- Bourgès, Ann, et Stefan Simon. 2018. « CEC input to evaluate the butyl diammonium dichloride as a swelling reducer in clay rich material ». *Applied Clay Science* 152: 352–356.
- Doehne, Eric, et Clifford A. Price. 2010. *Stone conservation - An overview of current research*. Getty Publications. Los Angeles.
- Duc, M., L. Makki, F Lamas-Lopez, et J-P. Magnan. 2014. « Impact des cycles d'humidification-séchage sur le comportement des marnes et argiles intactes et remaniées. », Actes des JNGG2014, Beauvais, France.
- Graham McHenry, Paul. 1989. *Adobe and the Rammed Earth Buildings: Design and Construction*. Reprint. University of Arizona Press.
- Masson, Loren, Myriam Duc, Jeanne-Sylvine Guédon, Jean-Didier Mertz, Emmanuel Keita, et Ann Bourgès. 2020. « Swelling inhibitors for clay materials: Comparison of industrial and natural surfactants ». *Proceeding in the 14th international congress on the deterioration of stone*, Göttingen, Germany:
- Moslemizadeh, Aghil, Seyed Reza Shadizadeh, et Mehdi Moomenie. 2015. « Experimental investigation of the effect of henna extract on the swelling of sodium bentonite in aqueous solution ». *Applied Clay Science* 105:106: 78–88.
- Wangler, Timothy, et George W. Scherer. 2009. « Clay swelling inhibition mechanism of α,ν -diaminoalkanes in Portland Brownstone ». *Journal of Materials Research*, 24, 5, 1646-1652