

А.С. ИНОЗЕМЦЕВ, канд. техн. наук (InozemcevAS@mgsu.ru), Е.В. КОРОЛЕВ, д-р техн. наук, директор Научно-образовательного центра «Наноматериалы и нанотехнологии» (korolev@nocnt.ru)

Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет (129337, Москва, Ярославское ш., 26)

Анализ кинетики деструкции наномодифицированных высокопрочных легких бетонов методом акустической эмиссии

В работе приводятся экспериментальные данные и анализ зависимостей энергии акустической эмиссии (АЭ) от физико-механических свойств высокопрочного легкого бетона, наполненного полыми керамическими микросферами. Показано, что кинетику энергии акустической эмиссии исследуемых бетонов можно охарактеризовать тремя стадиями, отличающимися по интенсивности и продолжительности. Установлено, что введение полых керамических микросфер в мелкозернистый песчаный бетон до определенного предела (не более 18% по массе) обеспечивает формирование структуры композита с более продолжительной «зоной надежности» – стадией, когда при увеличении нагрузки энергия АЭ изменяется с наименьшей интенсивностью. Продолжительность этой стадии зависит от механических характеристик легкого наполнителя, цементно-минеральной матрицы и силы их взаимного сцепления. Снижение дефектности структуры высокопрочного легкого бетона с большим содержанием полых микросфер может быть достигнуто за счет модифицирования его структуры, направленного на решение задачи по созданию прочного каркаса цементного камня между микрочастицами наполнителя и усилению адгезии на границе раздела фаз. Анализ деструкции наномодифицированных высокопрочных легких бетонов методом акустической эмиссии позволяет установить закономерности преобразования структуры при использовании наноразмерного модификатора и определить граничные значения для формирования условий наименьшей дефектности материала. Показано, что наибольший эффект от применения наномодификатора наблюдается у составов со средней плотностью менее 1500 кг/м³ и выражается как в увеличении относительного изменения предела прочности при сжатии, так и изменении характера регистрируемых параметров АЭ. Метод АЭ является эффективным для исследования влияния наноразмерных добавок на структуру и свойства строительных композитов.

Ключевые слова: акустическая эмиссия, высокопрочный легкий бетон, деструкция, полые микросферы, дефекты структуры.

A.S. INOZEMTCEV, Candidate of Sciences (Engineering) (InozemcevAS@mgsu.ru),

E.V. KOROLEV, Doctor of Sciences (Engineering), Director Research and Education Center «Nanomaterials and Nanotechnology» (korolev@nocnt.ru) Moscow State University of Civil Engineering (National Research University) (26, Yaroslavl Highway, Moscow, 129337, Russian Federation)

Analysis of the Destruction Kinetics of Nanomodified High-Strength Lightweight Concrete by Acoustic Emission

The paper presents the experimental data and analysis of the dependence of energy of acoustic emission on the physical and mechanical properties of high-strength lightweight concrete filled hollow ceramic microspheres. Shown that the kinetics of acoustic emission energy of the studied concrete can be described in three stages with different intensity and duration. The introduction of hollow ceramic microspheres into fine-grained sand concrete up to some limit (not more than 18% by weight) allows the formation of composite structure with longer «safety stage», when acoustic emission energy varies with the lowest intensity at increasing the load. The duration of this stage depends on the mechanical properties of lightweight aggregate, cement-mineral matrix and strength of their mutual coupling. The hardening of the phase boundary between the filler and cement-mineral matrix will reduce the defectiveness of the structure of high-strength lightweight concrete with high content of hollow microspheres. Analysis of the destruction of high-strength lightweight concrete by the acoustic emission method allows to determine the dependences of structure conversion when using nanoscale modifier and identify the limit of the formation of the conditions for the smallest defects in material. Shown that the greatest effect of the application of nanomodifier is observed for the compositions with average density less than 1500 kg/m³. It is expressed as an increase in the relative change in the compressive strength and the changing the nature of the recorded parameters of acoustic emission. The acoustic emission method is an effective method to study the influence of nanoscale additives on the structure and properties of construction materials.

Keywords: acoustic emission, high-strength lightweight concrete, destruction, hollow microspheres, structural defects.

При разработке новых строительных материалов фактические показатели эксплуатационных свойств не дают полного представления о внутреннем напряженном состоянии композита и кинетике разрушения разработанного материала. Важнейшее значение для сохранения целостности структуры и свойств композиционных материалов имеет понимание механизмов его разрушения [1–3]. Представление о деструктивных процессах при воздействии эксплуатационных нагрузок позволяет не только определять область применения материала, но и прогнозировать его долговечность.

Одним из распространенных методов для анализа особенностей внутреннего напряженного состояния и формирования дефектов при воздействии внешних нагрузок является метод акустической эмиссии (АЭ). Работы [4–9] свидетельствуют о различных подходах к использованию этого метода, методиках его анализа,

Average values of operational properties of new building materials do not provide sufficient information about the internal state of stress in composite under development. Nevertheless, kinetics of destruction and data concerning destruction mechanisms of composite materials are essential for maintaining the structural integrity and constant properties [1–3]. The notion of destructive processes under the influence of operational loads allows to define the application area of the material and to predict service life.

The acoustic emission (AE) method is the well-known method that can successfully be used for analysis both the internal state of stress and formation of defects under the influence of external loads. Though, there are many ways to apply acoustic emission method, and there are also several techniques that can be utilized during analysis and interpretation of device data [4–9]. It was shown [10–15] that the acoustic emission method can be used to study the nature of

* Печатается при поддержке гранта Президента РФ молодым ученым МК-5950.2015.8.

* Published with the support by the grant of the President of the Russian Federation to young scientists МК-5950.2015.8.

интерпретации и области исследования. Авторами [10–15] показано, что метод акустической эмиссии может быть использован как для исследования характера разрушения материала, так для прогнозирования его свойств, например трещиностойкости.

Исходя из этого, метод акустической эмиссии является информативным инструментом для исследования кинетики разрушения строительных материалов и может быть эффективным для анализа особенностей деформации высокопрочных легких бетонов на полых керамических микросферах, обладающих комплексом свойств, характерных для разных видов материалов (легкие и тяжелые бетоны).

Испытания образцов высокопрочного легкого бетона осуществлялось с помощью уникальной комплексной установки «Унисон» (подробные параметры оборудования доступны на сайте www.nocnt.ru/oborudovanie) с авторским программным обеспечением [16] на базе сервогидравлической испытательной системы Advantest 9 (рис. 1).

В состав устройства включены приемники, предварительный и основной усилитель, полосовой фильтр (20 и 96 кГц), аналого-цифровой преобразователь (192 кГц) и схема подавления помех. Схема испытания и расположения датчиков представлена на рис. 2.

Предметом исследования являются высокопрочные легкие бетоны, приготовленные в соответствии с [17] в соответствии с EN 196-1. Изготавливалось по 2 серии образцов-балочек 40×40×160 мм из легкого бетона средней плотностью 1300, 1400, 1500, 1600, 1800 и 2000 кг/м³, одна из которых отличалась наличием наноразмерной добавки, привитой на поверхности полого наполнителя. Расчет количества основных компонентов для достижения требуемой средней плотности бетона осуществлялся в соответствии с [18, 19]. В качестве вяжущего вещества для приготовления бетонов был использован портландцемент СЕМ I 42,5. Минеральная часть состояла из микрокремнезема МК-85 с размером частиц 1–100 мкм и массовой долей SiO₂ не менее 85%, фракционированного кварцевого песка фр. 0,16–0,63 мм и каменной муки с удельной поверхностью 700–800 м²/кг. Функциональным наполнителем являлись полые керамические микросферы производства «ИноТэк» со средним размером частиц 70 мкм. Сухие компоненты бетонной смеси затворялись водой с пластифицирующей добавкой «Melflux 1641F». Активным наноразмерным модификатором, привитым к поверхности полых микросфер, выступал комплексный наномодификатор «BisNanoActivus» [20], состоящий из компонентов, взаимодействующих с цементом и продуктами его гидратации.

В работе для анализа параметров акустической эмиссии образцов высокопрочного легкого бетона при механическом испытании предела прочности при сжатии исследовались основные параметры: количество ультразвуковых импульсов акустической эмиссии N с амплитудой A . Общий вид получаемых первичных данных АЭ представлен на рис. 3.

Из рис. 3 видно, что характер изменения количества сигналов АЭ и суммарной величины амплитуды имеют схожий вид. На графике кинетики N и ΣA отчетливо можно выделить три участка, характеризующихся различной скоростью изменения: на I стадии наблюдается интенсивное приращение значений при небольшой продолжительности; II стадия описывается медленным (близкому к статическому) изменением значений в течение 80–85% всего времени испытания; на конечной

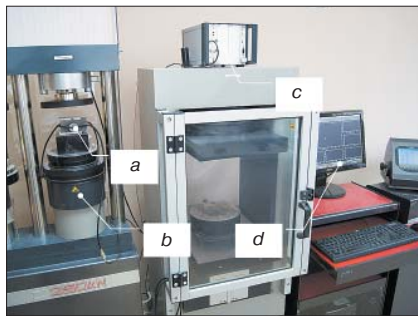


Рис. 1. Комплексная испытательная установка: а – образец с датчиками; б – нижняя плита сервогидравлической системы Advantest 9 с усилием до 250 кН; в – акустико-эмиссионный блок; д – единый пульт управления установкой

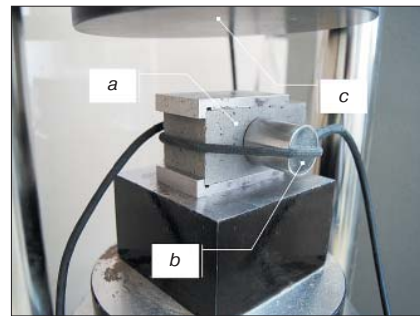


Рис. 2. Схема испытания образцов на сжатие с расположением датчиков сигнала акустической эмиссии: а – образец; б – высокочувствительный датчик; в – верхняя плиты испытательного пресса с усилием до 250 кН

the destruction of the investigated materials and to predict the properties such as fracture toughness.

Therefore, the acoustic emission method should be considered as an efficient and informative tool that allows to examine the kinetics of destruction, in particular – destruction of high-strength lightweight concretes filled with hollow ceramic microspheres. By means of acoustic emission method it is possible to reveal new parameters of destruction for materials combining features that are typical for different types of materials (light and heavy concretes).

The tests of samples of high-strength lightweight concrete was carried out using a unique integrated platform «Unison» [16] (Fig. 1) that is partially based on «Malachite» (Russia) acoustic emission system and «Advantest 9» (Italy) servo-hydraulic test system.

The apparatus includes receivers, preliminary and main amplifier, a bandpass filter (20 and 96 kHz), an ADC (192 kHz) and the noise suppression circuit. The scheme of the test and location of the sensors is shown in Fig. 2.

The subject of research is a high-strength lightweight concrete [17] prepared according to EN 196-1. Two series of prism samples with dimensions of 40×40×160 mm and average density 1300, 1400, 1500, 1600, 1800 and 2000 kg/m³ were produced. One of a series was made of nanomodified material. The nanomodification was performed by

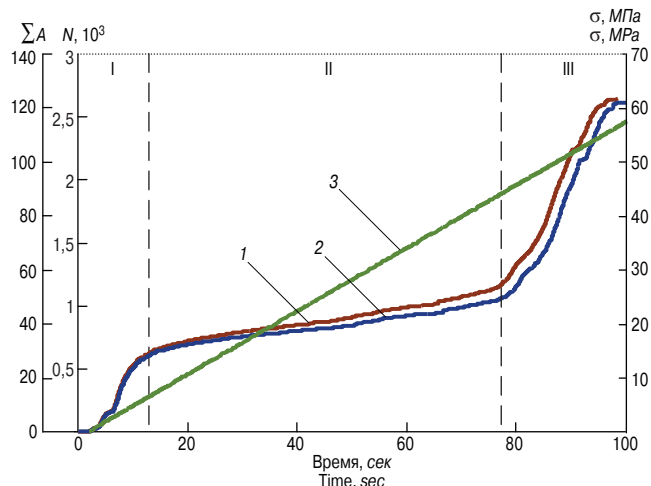


Рис. 3. Общий вид кинетики изменения количества сигналов АЭ N (1), суммарной величины амплитуд ΣA (2) и величины нагружения σ (3) образцов при испытании на сжатие

Fig. 3. The general form of the kinetics of changes in the number of AE signals N (1), the total value of the amplitude ΣA (2) and loading values σ (3) of the samples at the compressive test

III стадии испытания увеличение значений контролируемых параметров имеет лавинный характер. Очевидно, что подобный вид кривой как для N , так и ΣA отражает процессы формирования дефектов в структуре материала и характеризует особенности его разрушения при воздействии прикладываемых нагрузок. Для анализа этих особенностей и установления закономерностей их изменения необходимо использовать показатель, обобщающий описанные выше параметры и позволяющий оперировать как качественными, так и количественными данными. Таким показателем может быть суммарная энергия акустической эмиссии E_{AE} , расчет которой осуществляется по формуле [21]:

$$E_{AE} = \sum N_i A_i^2,$$

где N_i – количество сигналов АЭ в i -й момент времени; A_i – величина амплитуды в i -й момент времени.

Получены данные о кинетике энергии АЭ для образцов бетона различной средней плотностью 1300–2400 кг/м³ в соответствии с таблицей. Так как нагружение образцов при испытании протекает с равномерной скоростью 0,6 МПа/сек, целесообразно представить зависимость энергии АЭ от предела величины, характеризующие эксплуатационное воздействие – нагрузку σ (рис. 4).

Из рис. 4 видно, что увеличение содержания полых микросфер в составе тяжелого бетона, снижающее его среднюю плотность, приводит к смещению графика $E_{AE}=f(\sigma)$ в зону меньших значений: снижается прочность бетона и суммарная энергия АЭ. При этом также наблюдается изменение вида этой кривой. Если содержание микросфер (массовая доля) в бетоне не превышает 13%, то изменение энергии АЭ имеет описанный выше характер с ярко выраженными тремя участками. Наполнение бетонной смеси микросферами до 22% (средняя плотность бетона составляет 1300 кг/м³) приводит к формированию близкой к линейной зависимости исследуемых параметров. Причем суммарная энергия АЭ увеличивается при меньших значениях внешних нагрузок.

Описанная выше закономерность объясняется увеличением количества более слабых элементов структуры (полых микросфер), которые при достижении критического содержания в объеме материала формируют границу раздела фаз с цементно-минеральной матрицей, не способную сопротивляться воздействиям аналогичным тем, которые не приводят к формированию трещин в составах с большей долей плотных компонентов. То есть керамические микросферы, являясь искусственно введенными в состав бетона дефектами структуры, при содержании более 40% по объему, формируют перенасыщенную структуру и при приложении меньших нагрузок способствует интенсивному образованию трещин и их развитию в теле бетона.

Анализ графиков на рис. 4 позволяет идентифицировать стадии деформации материала по интенсивности увеличения энергии АЭ в точках резкого перегиба кривой. Таким образом, для каждого из составов найдены точки, характеризующие граница трех стадий деформаций (см. таблицу).

На основе анализа данных таблица и рис. 4 можно сделать следующие предположения:

- начальная стадия I характеризует первичные деформации материала, связанные с разрушением слабых связей в структуре. Это может быть разрушения, как отдельных частиц микросфер, так и нарушение сцепления цементного камня в зоне контакта с ними. При этом для тяжелого мелкозернистого бетона эта стадия имеет более пологий вид (точка перегиба наблюдается при достижении 43% от марочной прочности и 47% от суммарной энергии АЭ), что связано с отсутствием хрупких частиц полого наполнителя и,

means of surface processing of the hollow filler by the nano-sized additives.

The calculation of the main components was carried out in accordance to [18, 19] to achieve the desired average density of the concrete. The Portland cement CEM I-42.5 R («Mordovcement») was used for preparation of test concrete samples. The mineral part of concrete mixture includes siliceous materials with different dispersion: quartz sand (fraction 0.16–0.63 mm) consists of fraction 0.16–0.315 mm – 20–30% and fraction 0.315–0.63 mm – 70–80%, stone powder was produced by grinding quartz sand (specific surface area is 700–800 м²/kg) and microsilica MK-85 (particles size is less than 10⁻⁶ m) where silicon dioxide SiO₂ is more than 85%. Alumina-silicate hollow microspheres «Inotek» were chosen as functional filler for lightweight concrete. Plasticizer «Melflux 1641F» on the basis of polycarboxylate produced by BASF Construction Polymers was used to decrease W/C ration and improve mobility of concrete mixture. The nanoscale additive «BisNanoActivus» [20] based on sol of iron hydroxide and silicic acid is offered as an adhesive. The chemical interaction is intensified by the proposed modifier and provides formation of additional products of cement hydration in the contact zone.

In this paper the number of ultrasound pulses (N) and the amplitude (A) were studied for the analysis of acoustic emission parameters of the samples of high-lightweight concrete at the mechanical testing of compressive strength. The general view of obtained primary data of acoustic emission is shown in Fig. 3.

Fig. 3 shows that the character of the change in the number of AE signals and the total value of the amplitude have a similar appearance. Three parts with different intensity of the changes can be identified in the graph of the kinetics of N and ΣA . Intensive increment of values at short duration is observed in the stage I. The stage II is described by the slow change (close to static) in values for 80–85% of the total time of the test; the gain of values for controlled parameters (N and ΣA) has avalanche character in the final stage III. Obviously, this type of the curve for the N and ΣA reflects the processes of formation of defects in the structure of the material and describes features of destruction when the loads is applied. The analysis of the features and determination of the laws of their changes must be carried out by using the indicator which generalizes these two parameters (N and ΣA). The total energy of the acoustic emission E_{AE} calculated by [21] can be used as indicator:

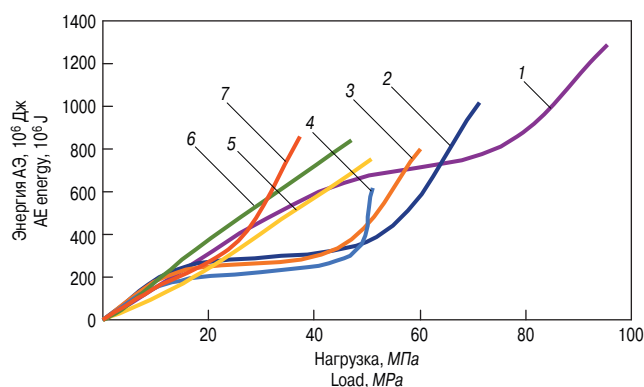


Рис. 4. Изменение энергии АЭ исследуемых бетонов от величины приложенной нагрузки при испытании на сжатие: 1 – тяжелый высокопрочный бетон, $\rho_{cp}=2400$ кг/м³; 2 – высокопрочный легкий бетон (ВЛБ), $\rho_{cp}=2000$ кг/м³; 3 – то же, $\rho_{cp}=1800$ кг/м³; 4 – то же, $\rho_{cp}=1600$ кг/м³; 5 – то же, $\rho_{cp}=1500$ кг/м³; 6 – то же, $\rho_{cp}=1400$ кг/м³; 7 – то же, $\rho_{cp}=1300$ кг/м³

Fig. 4. The dependencies between AE energy and compressive load: 1 – heavy high-strength concrete, $\rho_{av}=2400$ kg/m³; 2 – high-strength lightweight concrete, $\rho_{av}=2000$ kg/m³; 3 – same, $\rho_{av}=1800$ kg/m³; 4 – same, $\rho_{av}=1600$ kg/m³; 5 – same, $\rho_{av}=1500$ kg/m³; 6 – same, $\rho_{av}=1400$ kg/m³; 7 – same, $\rho_{av}=1300$ kg/m³

очевидно, лучшим сцеплением цементно-минеральной матрицы с зернами песка угловатой формы. На этой стадии материал испытывает значительные деформации за короткий период времени, связанные со смещением элементов структуры в связи с образованием полостей (микропор) на месте разрушенных микросфер;

- стадия II характеризуется асимптотическим изменением энергии АЭ, так называемая «зона надежности», когда при увеличении нагрузки материал деформируется незначительно. Наибольшая продолжительность этого периода будет наблюдаться у материала, где напряжения, накапливаемые в следствии приложения нагрузки, равномерно распределяются по объему, что приводит к замедленному формированию дефектов и развитию трещин. К таким составам относятся высокопрочные легкие бетоны со средней плотностью 1600–2000 кг/м³. То есть составы такого бетона содержат достаточное количество микросфер как для формирования прочной цементно-минеральной оболочки вокруг полого наполнителя, так и равномерного распределения напряжений по поверхности частиц. При уменьшении средней плотности полые микросферы образуют каркас с близкорасположенными частицами, что препятствует ветвлению трещин и уменьшает толщину прослойки вяжущего;
- стадия III характеризуется резким изменением кинетики выделения АЭ. Интенсивное увеличение энергии АЭ связано с лавинообразным образованием дефектов и нарушением сплошности структуры. Видно, что для высокопрочных легких бетонов с содержанием микросфер не более 18% по массе эта стадия начинается при приложении 73–89% от разрушающей нагрузки или более 40 МПа. Такая закономерность объясняется прочностными характеристиками полого наполнителя. Используемые в исследовании керамические микросферы, 90% которых не разрушаются при давлении, способны выдерживать нагрузку более 35 МПа. То есть с учетом прочности цементно-минеральной матрицы при увеличении нагрузки более 40 МПа количество разрушающихся микросфер в составе бетона начинает резко увеличиваться. При этом скорость изменения зависимости (тангенс угла наклона) кривой на этой стадии является характеристикой для оценки хрупкости разрушения материала.

Таким образом, установлено, что значения энергии акустической эмиссии, учитывающих суммарную амплитуду и количество сигналов, имеют хорошую корреляцию с механическими свойствами материала (рис. 5 и таблица).

Например, у высокопрочного тяжелого бетона, обладающего наибольшей прочностью из исследуемых материалов, суммарная энергия АЭ достигает 1285 МДж, а снижение прочности с 95,5 до 51 МПа (за счет введения полых микросфер) сопровождается пропорциональным снижением ЕАЭ. При этом при испытании бетонов со средней плотностью 1300 кг/м³ этот параметр больше, чем у бетона со средней плотностью 1600 кг/м³ при тех же значениях нагрузки, что свидетельствует о наличии более дефектной структуры и как следствие более интенсивной деструкции.

Для формирования прочной структуры легкого бетона, наполненного полыми микросферами, необходимо сформировать условия с наименьшим влиянием деструктивных факторов. То есть повышение механических свойств высокопрочных легких бетонов может быть достигнуто за счет создания прочного каркаса между микрочастицами наполнителя и усиления их сцепления с цементно-минеральной матрицы. Таким

$$E_{AE} = \sum N_i A_i^2,$$

where N_i is a number of AE signals at the i -th period of time; A_i is a value of amplitude at the i -th period of time.

The kinetics of acoustic emission energy were obtained for concrete samples with different average density (1300–2400 kg/m³) according to Table. Because the loading of the samples during tests proceeds with uniform speed (0.6 MPa/sec), the dependences between AE energy and load are of most interest (Fig. 4).

Fig. 4 shows that increasing the content of the hollow microspheres in the composition of heavy concrete in order to reduce the average density leads to shift of the graph to the region of smaller values: the strength of concrete and the total AE energy is decreased. In this case the change of the type of the curve is observed also. If the microspheres content (mass fraction) in the concrete does not exceed 13%, then the change in AE energy is of the similar character with three expressed stages. The filling concrete mixture up to 22% (average concrete density is 1300 kg/m³) leads to the almost linear dependence between studied parameters. The total AE energy is increased at lower values of external loads.

The above described pattern can be explained by an increase in the number of the weaker elements (hollow microspheres) in the structure. These elements form the interface phase boundary to the cement and mineral matrix which is not able to resist the operational loads when the critical content in the bulk material is achieved. That is, the ceramic microspheres being artificially introduced defects into the concrete promote intensive formation and growth of cracks in a supersaturated structure.

Analysis of the graphs in Fig. 4 allows to identify the deformation stages of the material by the intensity of increasing acoustic emission energy in the inflection points. Thus, the points describing the boundary of the three stages of deformation for each of the compositions were found (Table).

The following assumptions were made based on the data analysis in the Table and Fig. 4:

- The first stage I characterizes the initial deformations of the material associated with the destruction of the weak bonds in the structure. It may be the destruction of individual particles of microspheres and debonding of the cement stone with hollow filler in the contact zone. This stage for the heavy fine-grained concrete is described more acclivous view of a curved line on a graph (the inflection point is observed at 43% of the compressive strength and 47% of the total AE energy). It is due to the absence of the fragile particles of the hollow filler and the best adhesive the cement-mineral matrix to the sand grains with angular shape. On this stage the material is exposed to considerable deformation in a short period of

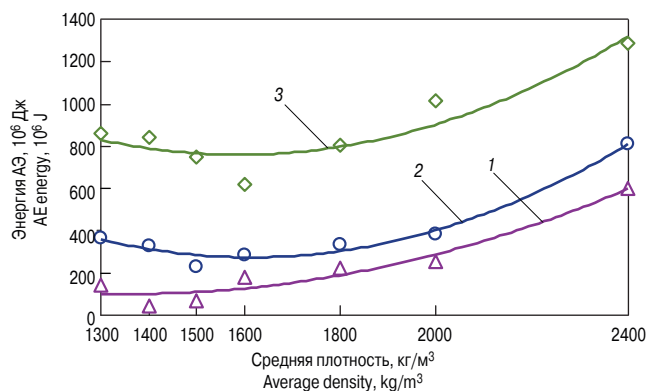


Рис. 5. Изменение энергии АЭ в зависимости от средней плотности бетона: 1 – конец стадии I; 2 – конец стадии II; 3 – конец стадии III

Fig. 5. The dependence of the AE energy from the average density of the concrete: 1 – the end of stage I; 2 – the end of stage II; 2 – the end of stage III

Координаты точек, соответствующих точкам перегиба на графике $E_{AЭ}=f(\sigma)$, характеризующих границы различных стадий испытания образцов
 The coordinates of points corresponding to the inflection points on the graph $E_{AE}=f(\sigma)$ characterizing the limits of the various stages of the test of the samples

Средняя плотность, кг/м ³ Average density, kg/m ³	Условная стадия испытания The conditional stage of the test					
	Конец I стадии The end of stage I		Конец II стадии The end of stage II		Конец III стадии The end of stage III	
	X_I	Y_I	X_{II}	Y_{II}	X_{III}	Y_{III}
1300	$\frac{9,2}{0,25}$	$\frac{145}{0,17}$	$\frac{25,5}{0,69}$	$\frac{370}{0,43}$	$\frac{37}{1}$	$\frac{860}{1}$
1400	$\frac{3,7}{0,08}$	$\frac{45}{0,05}$	$\frac{17,5}{0,37}$	$\frac{330}{0,39}$	$\frac{47}{1}$	$\frac{840}{1}$
1500	$\frac{7}{0,14}$	$\frac{98}{0,13}$	$\frac{19}{0,38}$	$\frac{230}{0,31}$	$\frac{51}{1}$	$\frac{750}{1}$
1600	$\frac{13}{0,26}$	$\frac{175}{0,29}$	$\frac{45,5}{0,89}$	$\frac{285}{0,46}$	$\frac{51}{1}$	$\frac{620}{1}$
1800	$\frac{14,5}{0,24}$	$\frac{225}{0,28}$	$\frac{44,5}{0,74}$	$\frac{335}{0,42}$	$\frac{60}{1}$	$\frac{800}{1}$
2000	$\frac{16}{0,23}$	$\frac{255}{0,25}$	$\frac{51,5}{0,73}$	$\frac{385}{0,38}$	$\frac{71,5}{1}$	$\frac{1015}{1}$
2400	$\frac{41}{0,43}$	$\frac{605}{0,47}$	$\frac{75,5}{0,79}$	$\frac{810}{0,63}$	$\frac{95,5}{1}$	$\frac{1285}{1}$

Примечание: X_i – координаты точек на графике $E_{AЭ}=f(\sigma)$ по оси абсцисс, соответствующих величине нагрузки, МПа; Y_i – координаты точек на графике $E_{AE}=f(\sigma)$ по оси ординат, соответствующих величине энергии АЭ, 10⁶ Дж; в числителе указаны фактические значения, соответствующие точке перегиба, в знаменателе – относительное значение к максимальному.
Notes: X_i – the coordinates of points on the graph $E_{AE}=f(\sigma)$ on the abscissa, corresponding to the load, МПа; Y_i – the coordinates of points on the graph $E_{AE}=f(\sigma)$ on the ordinate, corresponding to the AE energy, 10⁶ J; the actual values in the graph are shown in the numerator, the relative values in the graph are shown in the denominator

образом, модифицирование исследуемых составов, направленное на решение этих задач, позволит улучшить механические свойства и как следствие снизить дефектность структуры, идентифицируемой по энергии АЭ на различных стадиях для легких бетонов различной средней плотностью.

Снижение дефектности легкого бетона на керамических микросферах может быть достигнуто за счет модифицирования поверхности полого наполнителя наноразмерной добавкой [19, 22, 23]. Поэтому актуальной является задача по поиску методов оценки влияния наномодификаторов на структуру и свойства строительных материалов и высокопрочных легких бетонов на полых микросферах в частности.

Анализ эффективности наномодифицирования строительных материалов оценивается по косвенным параметрам, основываясь на изменении контрольных макропоказателей, характеризующие результат преобразования структуры, например повышение плотности и сопровождающееся этому повышению прочности, морозостойкости и т. д. При этом дополнительным инструментом непосредственно для исследования структуры материалы выступает микроскопия различных видов.

В работе изучено влияние комплексного наноразмерного модификатора на дефектность высокопрочных легких бетонов различной плотности (рис. 6).

Видно, что в зависимости от средней плотности материала, кривая энергии АЭ составов бетона на полых микросферах с наноразмерный модификатор изменяется не только по положению точек перегиба, но по виду. Так, на рис. 6, а можно отметить, что для составов со средней плотностью более 1500 кг/м³ влияние наномодификатора проявляется в меньшей степени, а зависимость $E_{AЭ}=f(\sigma)$ для высокопрочного легкого бетона с $\rho_{ср}=2000$ кг/м³ показывает отрицательный эффект. То есть точки перегиба кривой, где наблюдается резкое изменение направления, расположены выше, что свиде-

time due to the displacement of the structural elements and formation of voids (micropores) at the place of the destroyed microspheres;

- The stage II is characterized by the asymptotic change of acoustic emission energy (so-called «safety zone») when material is deformed slightly during load increase. The maximum of duration of this period will be observed in the material where accumulated stresses are distributed in the volume uniformly, which results delayed formation of defects and the growth of cracks. Among such compositions are high-strength lightweight concrete with an average density of 1600–2000 kg/m³. This concrete contains sufficient amounts of the microspheres to form the solid cement-mineral shell around the hollow filler and to uniform stress distribution across the surface of the dispersed phase;
- The stage III is characterized by the rapid change in the kinetics of acoustic emission. The intensive increase of the acoustic emission energy is due to avalanche formation of defects and discontinuities in the material's structure. It is seen that the stage III for high-strength lightweight concrete containing microspheres in amount not more than 18% by weight is begun when 73–89% of the breaking load or more than 40 MPa. This pattern is due to the strength characteristics of the hollow filler (90% of the used microspheres are not collapsed at the pressure more than 35 MPa). That is, number of collapsing microspheres within the matrix begins to increase together with increasing of the load, especially when load is beyond the 40 MPa. The rate of change (tangent of the slope angle of the curve) corresponding to this stage is a characteristic allows to assess the fragility of material.

It was also found that the values of the acoustic emission energy (taking into account the total number of signals) and amplitude have a good correlation with the mechanical properties of the material (Fig. 5 and Table).

For example, the total AE energy for fine-grained sand concrete of maximal strength reaches 1285 MJ and is reduced

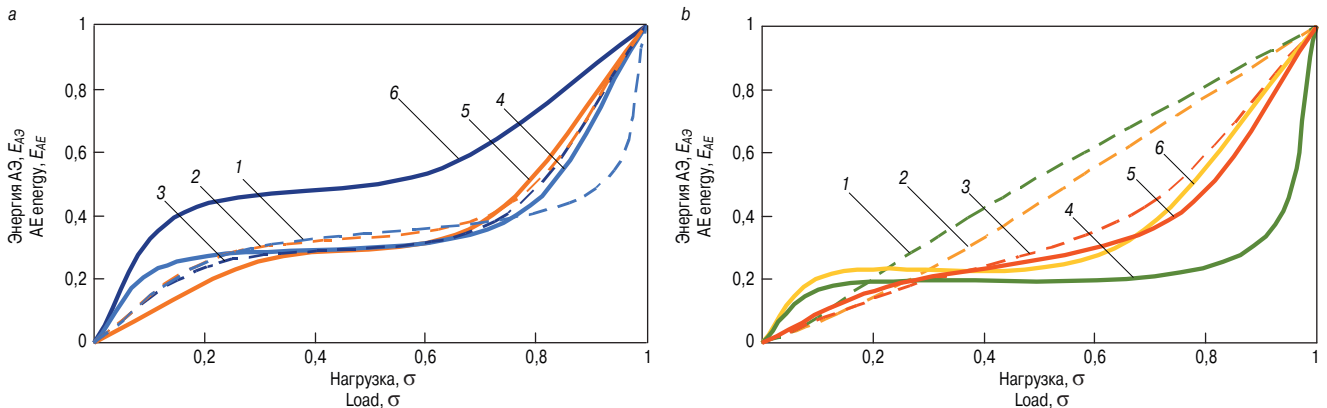


Рис. 6. Зависимость энергии АЭ высокопрочных легких бетонов от величины нагрузки при испытании на сжатие:
 а – при средней плотности 1600–2000 кг/м³: 1 – высокопрочный легкий бетон, $\rho_{cp}=1600$ кг/м³; 2 – тот же, $\rho_{cp}=1800$ кг/м³; 3 – тот же, $\rho_{cp}=2000$ кг/м³; 4 – наномодифицированный высокопрочный легкий бетон, $\rho_{cp}=1600$ кг/м³; 5 – то же, $\rho_{cp}=1800$ кг/м³; 6 – то же, $\rho_{cp}=2000$ кг/м³;
 б – при средней плотности 1300–1500 кг/м³: 1 – высокопрочный легкий бетон, $\rho_{cp}=1500$ кг/м³; 2 – тот же, $\rho_{cp}=1400$ кг/м³; 3 – тот же, $\rho_{cp}=1300$ кг/м³; 4 – наномодифицированный высокопрочный легкий бетон, $\rho_{cp}=1500$ кг/м³; 5 – то же, $\rho_{cp}=1400$ кг/м³; 6 – то же, $\rho_{cp}=1300$ кг/м³

Fig. 6. The dependence between AE energy of the high-strength lightweight concrete and compressive load (ρ_{av} – average density):
 а – average density is 1600–2000 kg/m³: 1 – high-strength lightweight concrete, $\rho_{av}=1600$ kg/m³; 2 – same, $\rho_{av}=1800$ kg/m³; 3 – same, $\rho_{av}=2000$ kg/m³; 4 – nanomodified high-strength lightweight concrete, $\rho_{av}=1600$ kg/m³; 5 – same, $\rho_{av}=1800$ kg/m³; 6 – same, $\rho_{av}=2000$ kg/m³;
 б – average density is 1300–1500 kg/m³: 1 – high-strength lightweight concrete, $\rho_{av}=1500$ kg/m³; 2 – same, $\rho_{av}=1400$ kg/m³; 3 – same, $\rho_{av}=1300$ kg/m³; 4 – nanomodified high-strength lightweight concrete, $\rho_{av}=1500$ kg/m³; 5 – same, $\rho_{av}=1400$ kg/m³; 6 – same, $\rho_{av}=1300$ kg/m³

тельствует о высоких значениях энергии АЭ, а значит высокой дефектности бетона уже на первой стадии разрушения. Это объясняется тем, что полые микросферы распределены по объему на значительном расстоянии друг от друга и за счет их меньшей по сравнению с цементным камнем прочности и высокой хрупкости, способствуют концентрации напряжений на границе раздела фаз. В таких условиях при незначительных нагрузках, даже в присутствии наноразмерного модификатора, происходит разрушение частиц полого наполнителя, которое приводит к перераспределению и релаксации напряжений и не сопровождается потерей прочности (рис. 7), но отражается на кривой энергии АЭ смещением по вертикальной оси.

Можно заключить, что введение полых микросфер в количестве не более 13% по массе предопределяет формирование структуры, где частицы полого наполнителя являются дефектами структуры и несут вклад в протекающие деструктивных процессов больше, чем положительный эффект от перераспределения напряжений. А влия-

пропорционально when the strength is reduced from 95.5 to 51.0 MPa (due to the introduction of hollow microspheres). Same parameter for lightweight concrete with average density of 1300 kg/m³ is higher than for lightweight concrete with average density 1600 kg/m³ under the same load values. The latter is due to the defectiveness of structure and more intense degradation of the material under the load.

Formation of the sound structure of lightweight concrete with hollow microspheres is associated with the emerging conditions for the least influence of destructive factors. Improving the mechanical properties of high-strength lightweight concrete can be achieved by creating a strong framework between the filler microparticles and strengthening of contact between microspheres and cement-mineral matrix. Thus, modification of the studied compositions for this task will improve mechanical properties and reduce structural defects identified by the AE energy at different stages for lightweight concrete with different average density.

Reduction of defects in lightweight concrete with ceramic microspheres can be achieved by surface modification of the hollow filler by nanoscale additive [19, 22, 23]. Therefore, the actual task is to find methods to assess the impact of nanomodifiers to the structure and properties of building materials and, in particular, high-strength lightweight concrete with hollow microspheres.

For the building materials, the efficiency of nanomodification can be estimated by indirect parameters based on the changes of macro-scale indicators that characterize the net result of structural transformations such as increasing the density, strength or hardness. Microscopy of various kinds was used as an additional tool during examination of material's structure. In this paper the impact of complex nanoscale modifier on the defectiveness of high-strength lightweight concrete with different densities is studied (Fig. 6).

As it can be seen from the above figures, for the concretes with nanomodified hollow microspheres both the general appearance of the AE energy curve and positions of the curvature points are changing for the materials of different densities. It can be noted (Fig. 6, a) that effect of the nanomodifier is expressed to the less extent for the concrete composition with average density more than 1500 kg/m³; moreover, the relationship $E_{AE}=f(\sigma)$ for high-strength lightweight concrete with $\rho_{av}=2000$ kg/m³ shows negative effect. This is due to the fact that the hollow microspheres are distributed over the volume at a considerable distance from each other. This leads to stress concentrations at the boundary interface due to the lesser

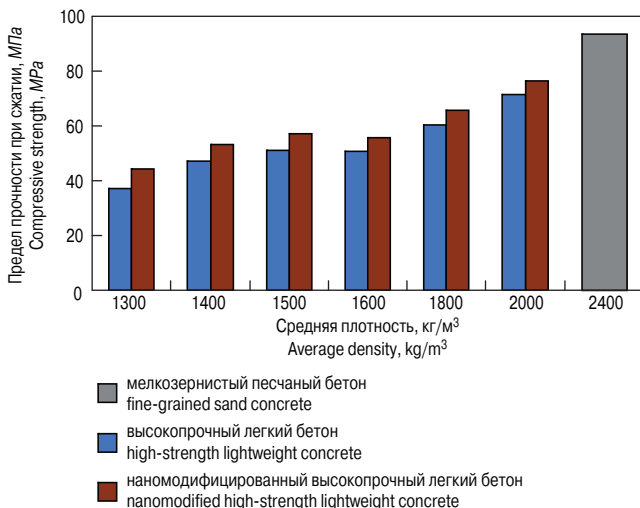


Рис. 7. Влияние наноразмерного модификатора на предел прочности при сжатии высокопрочных легких бетонов: (перенести кубики обозначения цветов) мелкозернистый песчаный бетон; высокопрочный легкий бетон; наномодифицированный высокопрочный легкий бетон

Fig. 7. The influence of the nanoscale modifier to the compressive strength of high-strength lightweight concrete: fine-grained sand concrete; high-strength light-weight concrete; nanomodified high-strength lightweight concrete

ание наноразмерного модификатора (рис. 8) очевидно пропорционально площади поверхности частиц микросфер, к которой они привиты. При плотности бетона более 1600 кг/м^3 суммарной площади поверхности микросфер является недостаточным для формирования плотного контакта на границе раздела фаз из продуктов взаимодействия наномодификатора с цементом и образующихся в процессе его гидратации соединений: изменение предела прочности при сжатии по сравнению с контрольными составами без наномодификатора составляет не более 8–10% (рис. 8).

При увеличении содержания полых микросфер более 15,6% по массе для обеспечения средней плотности легкого бетона менее 1500 кг/м^3 изменение кривой энергии АЭ от величины нагрузки имеет более существенный характер. На рис. 6, б видно, что вид графика функции $E_{\text{АЭ}}=f(\sigma)$ высокопрочного легкого бетона изменяется с прямолинейного без ярко выраженных точек перегиба на противоположенный с отчетливо выделяемыми стадиями, характерный для бетонов, приготовленных с использованием наномодифицированных микросфер. Наиболее показательными в этом случае являются составы бетона со средней плотностью 1400 и 1500 кг/м^3 . Видно, что кинетика энергии АЭ контрольных составов высокопрочного легкого бетона отличается монотонным течением: процесс возникновения дефектов, регистрируемых по АЭ, протекает пропорционально скорости нагружения. При этом отличимые для немодифицированных составов большей плотности три стадии деструкции (рис. 6, а) на рис. 6, б не идентифицируются однозначно. То есть при наполнении бетона микросферами в количестве 15,6 и 18,5% по массе происходит формирование структуры, которая при воздействии эксплуатационных нагрузок не имеет так называемой «зоны надежности», что даже при наличии высокой марочной прочности может свидетельствовать о низкой сопротивляемости бетона динамическим нагрузкам меньшей величины. Разрушение такого бетона имеет лавинный, взрывной характер, присущий для хрупких материалов, что является существенным недостатком для возможности расширения области применения такого бетона.

Однако противоположенная динамика складывается при анализе полученных данных о составах наномодифицированного высокопрочного легкого бетона. На рис. 8 видно, что применение комплексного наномодификатора на поверхности керамических микросфер позволяет повысить прочность легкого бетона пропорционально количеству полого наполнителя. Прирост прочности у таких составов составляет 11–19%, что объясняется упрочнением зоны контакта вяжущее–дисперсная фаза. В составах высокопрочного легкого бетона средней плотностью $1300\text{--}1500 \text{ кг/м}^3$ микросферы помимо прямого функционального назначения по облегчению бетона выступают в виде носителя химически активного агента, равномерно распределенного по объему. Это позволяет создать условия для максимального взаимодействия компонентов бетонной смеси и наноразмерного модификатора и как следствие уплотнить границу раздела фаз, образуя прочный каркас по всему объему. Такое влияние наномодификатора сказывается и на характере разрушения материала при приложении внешней нагрузки. На рис. 6, б видно, что на графике энергии АЭ отчетливо идентифицируются участки с различной (три стадии) кинетикой. Так, стадия I, когда интенсивному, но короткому по продолжительности разрушению подвергаются наиболее слабые элементы структуры, составляет 10–13% от общей продолжительности и 20% от общей энергии АЭ. Это свидетельствует с одной стороны о незначительном количестве слабых элементов структуры, связанном в первую очередь со свойствами полого наполнителя, а с другой стороны –

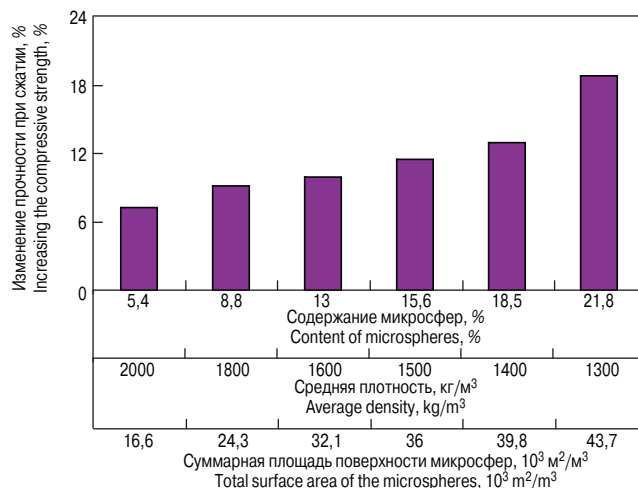


Рис. 8. Относительное изменение предела прочности при сжатии высокопрочного легкого бетона при использовании наномодификатора

Fig. 8. The relative change in the compressive strength of high-strength lightweight concrete with nanomodifier

strength and high friability of filler compared to the cement stone. In these conditions at low loads the disruption of hollow filler particles occurs even in the presence of nanomodifier that leads to the redistribution and relaxation of the stress and preservation of the strength (Fig. 7), but still does not lead to displacement of AE energy curve along the vertical axis.

It can be concluded that the introduction of hollow microspheres in an amount not more than 13% by mass promotes to formation of structure where the hollow filler particles act as structural defects and contribute to the destructive processes more than the to the positive effect of stress redistribution. Obviously, the positive impact of nanoscale modifier (Fig. 8) is proportional to the surface area of the microsphere particles. The gain of the strength of nanomodified high-strength lightweight concrete with average density more than 1600 kg/m^3 does not exceed 8–10% (Fig. 8) due to drawback of surface area of the microspheres to form a dense contact at the interface by interaction the nanomodifier with cement and hydration products.

Changing the character of curve of AE energy is more significant for high-lightweight concrete with average density less than 1500 kg/m^3 (content of hollow microspheres more than 15.6% by weight). Fig. 6, b shows that the type of the graph $E_{\text{АЭ}}=f(\sigma)$ for these concretes is transformed from the straight line (without expressed inflection points) to the curvilinear type with clearly identifiable stages. The most significant are concrete compositions with an average density 1400 and 1500 kg/m^3 . The kinetics of AE energy for the reference compositions of high-strength lightweight concrete is characterized by monotony when the processes of occurrence of defects detected by AE proceed in proportion to the rate of loading. At the same time three stages of destruction are distinguishable for unmodified concrete compositions with average density more than 1600 kg/m^3 (Fig. 6, a), but it is not identified clearly in Fig. 6, b where the dependences for concretes with lower density are shown. That is, the concrete containing the microspheres in an amount of 15.6 and 18.5% by weight has a structure which is destroyed without so-called “security zone” when exposed to operational loads. This is indicative of a low resistance to dynamic loads in spite of the high strength of concrete. The destruction of this concrete has avalanche and explosive character inherent to fragile materials that is a significant disadvantage of such concrete.

However, the opposite dynamic is observed in the analysis of the data obtained for compositions of the nanomodified high-strength lightweight concrete. Fig. 8 shows that the application of complex nanomodifier on the surface of ceramic microspheres allows to increase the strength of

об однородности структуры, изменения в которой на 80% протекает по общему принципу. Исключением является наномодифицированный высокопрочный легкий бетон со средней плотностью 1300 кг/м^3 . Стадия II, продолжительность которой составляет 50–70% от общей времени нагружения, сопровождается асимптотическим характером выделения АЭ; суммарная энергия, выделяющаяся на этой стадии, составляет не более 10–15%. То есть деструкция наномодифицированных высокопрочных легких бетонов на этой стадии протекает с наименьшей энергией АЭ. Можно сделать заключение о том, что основные накопления дефектов и разрушение материала, сопровождающееся выделением 65–70% энергии АЭ, протекает на конечной стадии III при высоких значениях нагрузки. Это характеризует структуру материала как высокопрочную, способную сопротивляться как статическому, так и динамическому нагружению. Таким образом, применение комплексного наноразмерного модификатора, обеспечивающего функцию переходного слоя, оказывает влияние не только на количественные значения прочностных свойств, но и изменяет характер деструкции при воздействии внешней нагрузки. Это обуславливает повышение надежности наномодифицированного высокопрочного легкого бетона по сравнению с составами без комплексного наноразмерного модификатора и обеспечивает возможность потенциального использования такого материала для ответственных изделий и конструкций.

Заключение. На основе проведенных исследований можно сделать вывод, что величина энергии АЭ, учитывающая суммарное количество сигналов и величину амплитуды АЭ, является информативным дополнительным критерием для оценки структуры высокопрочных легких бетонов на полых микросферах, позволяющим анализировать не только количественные, но и качественные характеристики. Показано, что кинетику энергии акустической эмиссии исследуемых бетонов можно охарактеризовать тремя стадиями, отличающимися по интенсивности и продолжительности. Установлено, что введение полых керамических микросфер в мелкозернистый песчаный бетон до определенного предела (не более 18% по массе) формирует структуру с более продолжительной «зоной надежности» — стадией, когда при увеличении нагрузки энергия АЭ изменяется с наименьшей интенсивностью. Продолжительность этой стадии зависит от механических свойств самого легкого наполнителя, цементно-минеральной матрицы и силы их взаимного сцепления. Снижение дефектности структуры высокопрочного легкого бетона с большим содержанием полых микросфер может быть достигнуто за счет модифицированием его структуры, направленным на решение задачи по созданию прочного каркаса между микрочастицами наполнителя и усилению адгезии на границе раздела фаз.

Анализ деструкции наномодифицированных высокопрочных легких бетонов методом акустической эмиссии позволяет установить закономерности преобразования структуры при использовании наноразмерного модификатора и определить граничные значения для формирования условий наименьшей дефектности материала. Установлено, что исследуемая методика модифицирования поверхности дисперсной фазы наноразмерной добавкой, способствует изменению кинетики энергии АЭ, характеризующей особенности формирования дефектов в структуре. Показано, что наибольший эффект от применения модификатора наблюдается в составах со средней плотностью менее 1500 кг/м^3 и выражается как в увеличении относительного изменения предела прочности при сжатии, так и параметров АЭ.

Параметры АЭ могут быть эффективным методом для исследования влияния наноразмерных добавок на струк-

lightweight concrete in proportion to the number of hollow filler. The gain of strength in these compositions is 11–19% that is explained by hardening of the contact zone binder-dispersed phase. Microspheres facilitating concrete compositions with average density of $1300\text{--}1500 \text{ kg/m}^3$ also perform the function of a carrier of reactive agent which is uniformly distributed in volume. This makes it possible to create the conditions for maximum interaction of the components of the concrete mix with nanoscale modifier and to seal the phase boundary for forming the solid framework in the volume. Such influence of nanomodifier also affects the character of the destruction of the material upon application of an external load. Zone with different kinetics of AE energy (three stages) is clearly identified on graphs for nanomodified high strength lightweight concrete (Fig. 6, b). Thus the stage I lasts for 10–13% of the total time and is accompanied by the release of 20% of the total AE energy. It evidences about the small amount of weak structural elements on one hand and the uniformity of structure which is changed by the general principle on the other hand. Nanomodified high-strength lightweight concrete with the lowest average density ($\rho_{av}=1300 \text{ kg/m}^3$) is an exception. Stage II is accompanied by asymptotic character of the acoustic emission: the duration is 50–70% of the total loading time and the energy is not more than 10–15% of the total AE energy. That is, the destruction of the nanomodified high-strength lightweight concrete at this stage takes place with the lowest AE energy. It can be concluded that the main accumulation of defects and degradation of the material occur at the end of stage III at high load and is accompanied by the release of 65–70% of energy AE. That is, the structure of the material is of high strength and is able to resist both static and dynamic loads. Using of complex nanoscale modifier affects not only the strength properties but also changes the character of degradation under the influence of external load. This causes an increase in the reliability of nanomodified high-strength lightweight concrete compared with compositions without complex nanoscale modifier and provides the potential of use of such material for critical structures.

Conclusion. The results of this study have shown that the value of AE energy, including total number of signals and the amplitude of acoustic emission, is an additional informative criterion that helps evaluation of the qualitative and quantitative structural characteristics of high-strength lightweight concrete with hollow microspheres. Kinetics of acoustic emission energy of the studied concrete is divided into three stages with different intensity and duration. When content of hollow microspheres in fine-grained sand concrete is not more than 18% by weight, the structure with a longer “safety stage” is formed and AE energy is changing with the lowest intensity under increasing load. The duration of this stage depends on the mechanical properties of lightweight aggregate, cement and mineral matrix and also on cohesion forces between them.

Analysis of the nanomodified high-strength lightweight concrete destruction process by acoustic emission method allows to determine the dependences of structural conversion when nanoscale modifier is used and to find the limiting values that correspond to the emerging conditions for smallest defectiveness of material. The studied modification method of the filler surface by the nanoscale additive alters the kinetics of AE energy; thus, alteration of the defects’ distribution and material’s structure takes place. It was shown that the greater effect is achieved for concrete with average density less than 1500 kg/m^3 and it is expressed in an increase of the relative changes of the compressive strength and the duration of “safety stage”.

Parameters of acoustic emission can be effective indicators during examination of the impact of nanoscale additives on the structure and properties of construction materials. The

туру и свойства строительных материалов. Установление таких закономерностей обеспечит дополнительной информацией для понимания преобразований структуры модифицируемых высокопрочных легких бетонов.

Список литературы

1. Pashkevich S., Pustovgar A., Adamtsevich A., Eremin A. Pore structure formation of modified cement systems, hardening over the temperature range from +22°C to -10°C // *Applied Mechanics and Materials*. 2014. Vol. 584–586, pp. 1659–1664.
2. Адамцевич А.О., Пустовгар А.П. Особенности влияния модифицирующих добавок на кинетику твердения цементных систем // *Сухие строительные смеси*. 2015. № 4. С. 26–29.
3. Adamtsevich A., Eremin A., Pustovgar A., Pashkevich S., Nefedov S. Research on the effect of prehydration of portland cement stored in normal conditions // *Applied Mechanics and Materials*. 2014. Vol. 670–671, pp. 376–381.
4. Shahidana S., Pulinb K., Bunnoric N.M., Holfordb K.M. Damage classification in reinforced concrete beam by acoustic emission signal analysis // *Construction and Building Materials*. 2013. Vol. 45, pp. 78–86.
5. Максимова И.Н., Макридин Н.И., Суров И.А. Методологические аспекты прогнозирования механического поведения цементных композитов // *Региональная архитектура и строительство*. 2014. № 3. С. 37–41.
6. Селяев В.П., Данилов А.М., Круглова А.Н. Оценка свойств модифицированных эпоксидных композитов по параметрам акустической эмиссии // *Региональная архитектура и строительство*. 2013. № 1. С. 67–74.
7. Carpinteria A., Lacidognaa G., Accorneroa F., Mpalaskab A.C., Matikasb T.E., Aggelisc D.G. Influence of damage in the acoustic emission parameters // *Cement and Concrete Composites*. 2013. Vol. 44, pp. 9–16.
8. Guzman C., Torresa D., Hucailuka C., Filipussia D. Analysis of the Acoustic Emission in a Reinforced Concrete Beam Using a Four Points Bending Test // *Procedia Materials Science*. 2015. Vol. 8, pp. 148–154.
9. Макридин Н.И., Королев Е.В., Максимова И.Н. Метод акустической эмиссии в строительном материале // *Строительные материалы*. 2007. № 3. С. 100–103.
10. Ушаков С.И. Микротрещинообразование в эпоксидном полимербетоне при сжатии // *Вестник Волгоградского государственного архитектурно-строительного университета. Серия: Строительство и архитектура*. 2010. № 1 (17). С. 28–33.
11. Перфилов В.А. Контроль деформации и разрушения бетона методами механики разрушения и акустической эмиссии // *Вестник Волгоградского государственного архитектурно-строительного университета. Серия: Строительство и архитектура*. 2014. № 38 (57). С. 75–84.
12. Aggelisa D.G., Mpalaskab A.C., Matikasb T.E. Investigation of different fracture modes in cement-based materials by acoustic emission // *Cement and Concrete Research*. 2013. Vol. 48, pp. 1–8.
13. Волков В.В., Белых А.Г., Бураков А.В. Морозостойкость бетона и связь параметров акустической эмиссии с процессами трещинообразования в нем // *Технологии бетонов*. 2012. № 5–6. С. 54–56.
14. Макридин Н.И., Тараканов О.В., Максимова И.Н., Суров И.А. Механика разрушения песчаного бетона и фибробетона // *Известия Казанского государственного архитектурно-строительного университета*. 2014. № 3. С. 122–126.
15. Прошин А.П., Божьев Н.В., Фокин Г.А., Смирнов В.А. Акустико-эмиссионное исследование разруше-

determination of such impacts will allow to gain more information for understanding the changes in the structure of modified high-strength lightweight concrete.

References

1. Pashkevich S., Pustovgar A., Adamtsevich A., Eremin A. Pore structure formation of modified cement systems, hardening over the temperature range from +22°C to -10°C. *Applied Mechanics and Materials*. 2014. Vol. 584–586, pp. 1659–1664.
2. Adamtsevich A.O., Pustovgar A.P. Features of influence of modifying additives on the kinetics of hardening cement systems. *Sukhie stroitel'nye smesi*. 2015. No. 4, pp. 26–29. (In Russian).
3. Adamtsevich A., Eremin A., Pustovgar A., Pashkevich S., Nefedov S. Research on the effect of prehydration of portland cement stored in normal conditions. *Applied Mechanics and Materials*. 2014. Vol. 670–671, pp. 376–381.
4. Shahidana S., Pulinb K., Bunnoric N.M., Holfordb K.M. Damage classification in reinforced concrete beam by acoustic emission signal analysis. *Construction and Building Materials*. 2013. Vol. 45, pp. 78–86.
5. Maksimova I.N., Makridin N.I., Surov I.A. Methodological aspects of forecasting the mechanical behavior of cement composites. *Regional'naya arkhitektura i stroitel'stvo*. 2014. No. 3, pp. 37–41. (In Russian).
6. Selyaev V.P., Danilov A.M., Kругlova A.N. Evaluation of the properties of modified epoxy composites by acoustic emission. *Regional'naya arkhitektura i stroitel'stvo*. 2013. No. 1, pp. 67–74. (In Russian).
7. Carpinteria A., Lacidognaa G., Accorneroa F., Mpalaskab A.C., Matikasb T.E., Aggelisc D.G. Influence of damage in the acoustic emission parameters. *Cement and Concrete Composites*. 2013. Vol. 44, pp. 9–16.
8. Guzman C., Torresa D., Hucailuka C., Filipussia D. Analysis of the acoustic emission in a reinforced concrete beam using a four points bending test. *Procedia Materials Science*. 2015. Vol. 8, pp. 148–154.
9. Makridin N.I., Korolev E.V., Maksimova I.N. Acoustic emission in building materials. *Stroitel'nye Materialy [Construction Materials]*. 2007. No. 3, pp. 100–103. (In Russian).
10. Ushakov S.I. Micro cracking in epoxy polymer concrete compressive. *Vestnik Volgogradskogo gosudarstvennogo arkhitekturno-stroitel'nogo universiteta. Seriya: Stroitel'stvo i arkhitektura*. 2010. No. 1 (17), pp. 28–33. (In Russian).
11. Perfilov V.A. Control of deformation and fracture of concrete methods of fracture mechanics and acoustic emission. *Vestnik Volgogradskogo gosudarstvennogo arkhitekturno-stroitel'nogo universiteta, Seriya. Stroitel'stvo i arkhitektura*. 2014. No. 38 (57), pp. 75–84. (In Russian).
12. Aggelisa D.G., Mpalaskab A.C., Matikasb T.E. Investigation of different fracture modes in cement-based materials by acoustic emission. *Cement and Concrete Research*. 2013. Vol. 48, pp. 1–8.
13. Volkov V.V., Belykh A.G., Burakov A.V. Frost resistance of concrete and communication parameters of acoustic emission to the processes of cracking it. *Tekhnologii betonov*. 2012. No. 5–6, pp. 54–56. (In Russian).
14. Makridin N.I., Tarakanov O.V., Maksimova I.N., Surov I.A. Fracture mechanics of sand concrete and fiber-reinforced concrete. *Izvestiya Kazanskogo gosudarstvennogo arkhitekturno-stroitel'nogo universiteta*. 2014. No. 3, pp. 122–126. (In Russian).
15. Proshin A.P., Bozh'ev N.V., Fokin G.A., Smirnov V.A. Acoustic emission study of the destruction of radiation protection composite materials. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Stroitel'stvo*. 2004. No. 1, pp. 20–23. (In Russian).

- ния радиационно-защитных композиционных материалов // *Известия высших учебных заведений. Строительство*. 2004. № 1. С. 20–23.
16. Патент РФ 2472145. *Устройство для акустико-эмиссионного контроля композиционных материалов* / Смирнов В.А., Королев Е.В.; Заявл. 23.09.2011. Оpubл. 10.01.2013. Бюл. № 1.
 17. Патент РФ 2515450. *Высокопрочный легкий бетон* / Королев Е.В., Иноземцев А.С.; Заявл. 11.10.2012. Оpubл.: 10.05.2014.
 18. Королев Е.В., Смирнов В.А., Альбакасов А.И., Иноземцев А.С. Некоторые аспекты проектирования составов многокомпонентных композиционных материалов // *Нанотехнологии в строительстве. Научный интернет-журнал*. 2011. № 6. С. 32–43.
 19. Иноземцев А.С. Средняя плотность и пористость высокопрочных легких бетонов // *Инженерно-строительный журнал*. 2014. № 7 (51). С. 31–37.
 20. Гришина А.Н., Королев Е.В. Жидкостекольные строительные материалы специального назначения. М.: МГСУ. 2015. 224 с.
 21. Ziehl P., Pollock A. Acoustic Emission for Civil Structures. Acoustic Emission. InTech. 2012. 396 p.
 22. Inozemcev A.S. High-strength lightweight concrete mixtures based on hollow microspheres: technological features and industrial experience of preparation // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2015. Vol. 71. Iss. 1. 012028. doi: 10.1088/1757-899X/71/1/012028.
 23. Inozemtcev A.S., Korolev E.V. A method for the reduction of deformation of high-strength lightweight cement concrete // *Advances in Cement Research*. 2015. pp. 1–7. doi: 10.1680/jadcr.15.00049.
 16. Patent RF 2472145. *Ustroistvo dlya akustiko-emissionnogo kontrolya kompozitsionnykh materialov* [A device for acoustic emission monitoring of composite materials] / Smirnov V.A., Korolev E.V.; Declared 23.09.2011. Published 10.01.2013. Bulletin No. 1. (In Russian).
 17. Patent RF 2515450. *Vysokoprochnyi legkii beton* [High-strength lightweight concrete] / Korolev E.V., Inozemtcev A.S.; Declared 11.10.2012. Published 10.05.2014. (In Russian).
 18. Korolev E.V., Smirnov V.A., Albakasov A.I., Inozemtcev A.S. Some aspects of the design of multi-component composite materials. *Nanotekhnologii v stroitel'stve: nauchnyi internet-zhurnal*. 2011. No. 6, pp. 32–43. (In Russian).
 19. Inozemtcev A.S. The average density and porosity of the high-strength lightweight concrete. *Inzhenerno-stroitel'nyi zhurnal*. 2014. No. 7 (51), pp. 31–37. (In Russian).
 20. Grishina A.N., Korolev E.V. *Zhidkostekol'nye stroitel'nye materialy spetsial'nogo naznacheniya* [Liquid-glass building materials, special purpose]. Moscow.: MSUCE. 2015. 224 p.
 21. Ziehl P., Pollock A. Acoustic Emission for Civil Structures. Acoustic Emission. InTech. 2012. 396 p.
 22. Inozemcev A.S. High-strength lightweight concrete mixtures based on hollow microspheres: technological features and industrial experience of preparation. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2015. Vol. 71. Iss. 1. 012028. doi: 10.1088/1757-899X/71/1/012028.
 23. Inozemtcev A.S., Korolev E.V. A method for the reduction of deformation of high-strength lightweight cement concrete. *Advances in Cement Research*. 2015, pp. 1–7. doi: 10.1680/jadcr.15.00049.