



DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
22.04.2020 Bulletin 2020/17

(51) Int Cl.:
H01B 7/295 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **19203499.9**

(22) Date de dépôt: **16.10.2019**

(84) Etats contractants désignés:
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
PL PT RO RS SE SI SK SM TR**
Etats d'extension désignés:
BA ME
Etats de validation désignés:
KH MA MD TN

- **RAUER, Eric**
1052 LE-MONT-SUR-LAUSANNE (CH)
- **ESTREBOOU, Nicolas**
69600 OULLINS (FR)
- **GYPPAZ, Franck**
69003 LYON (FR)
- **AUVRAY, Thierry**
69006 LYON (FR)

(30) Priorité: **18.10.2018 FR 1859630**

(71) Demandeur: **Nexans**
92400 Courbevoie (FR)

(72) Inventeurs:
• **FEHLBAUM, Jean**
2024 SAINT-AUBIN-SAUGES (CH)

(74) Mandataire: **De Lamo Marin, Sandra et al**
Ipsilon
Le Centralis
63, avenue du Général Leclerc
92340 Bourg-la-Reine (FR)

(54) **COUCHE DE BOURRAGE POUR CÂBLE BASSE TENSION AYANT UNE PROTECTION AU FEU AMÉLIORÉE**

(57) L'invention concerne un câble comprenant au moins un élément électriquement conducteur isolé, au moins une couche de bourrage à base d'un matériau géopolymère entourant ledit élément électriquement conducteur isolé, et au moins une gaine externe entourant ladite couche de bourrage.

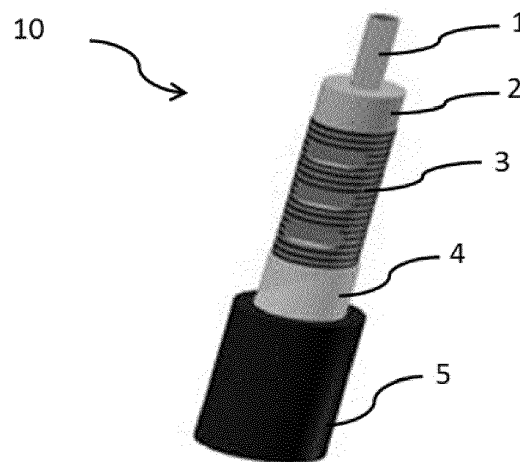


FIG. 1

Description

[0001] L'invention concerne un câble comprenant au moins un élément électriquement conducteur isolé, au moins une couche de bourrage à base d'un matériau géopolymère entourant ledit élément électriquement conducteur isolé, et au moins une gaine externe entourant ladite couche de bourrage.

[0002] L'invention s'applique typiquement, mais non exclusivement au domaine des câbles d'énergie basse tension (par exemple inférieure à 6 KV qu'ils soient en courant continu ou alternatif) ou des câbles de transmission de données très basse tension (par exemple inférieure à 50 V en courant alternatif ou à 120 V en courant continu). Plus particulièrement, l'invention s'applique aux câbles rayonnants qui sont parcourus par un courant et une tension faible.

[0003] Les câbles rayonnants permettent d'assurer des liaisons audio, vidéo, ou des transmissions de données numériques.

[0004] Ils sont généralement installés dans des zones où les radiocommunications sont difficiles voire impossibles. Les câbles rayonnants sont particulièrement adaptés pour les tunnels (métro, routier, ferroviaire), les bâtiments (aéroport, centre commercial, immeuble commercial, gare, stade), ou sur des installations embarquées (train, bateau, plateforme pétrolière).

[0005] Les câbles rayonnants permettent de transmettre les radiofréquences (RF) et les hyperfréquences d'ondes électromagnétiques sous la forme d'ondes électromagnétiques transversales (TEM) homogènes, réparties sur toute leur longueur. Les câbles rayonnants assurent une double fonction d'émission-réception desdites ondes électromagnétiques et rendent par exemple l'intérieur d'un tunnel ou d'un immeuble transparent vis-à-vis de l'extérieur.

[0006] Un câble rayonnant est typiquement un câble coaxial comprenant, de l'intérieur vers l'extérieur :

- un élément électriquement conducteur allongé métallique, par exemple en cuivre ou en aluminium,
- une couche polymère électriquement isolante entourant ledit élément électriquement conducteur allongé, comprenant typiquement un polyéthylène expansé,
- une couche métallique entourant la couche polymère électriquement isolante, par exemple en cuivre ou en aluminium, et
- une gaine externe polymère électriquement isolante entourant ladite couche métallique.

[0007] La couche métallique est communément appelée « conducteur extérieur » et elle présente la particularité de disposer d'ouvertures ou de fentes, par exemple agencées en motifs répétés périodiquement tout le long du câble.

[0008] Grâce aux ouvertures ou fentes, des niveaux contrôlés d'énergie électromagnétique peuvent rayonner vers l'extérieur et vers l'intérieur du câble. Le câble peut alors fonctionner comme une longue antenne.

[0009] Afin d'assurer la tenue au feu d'un câble rayonnant comprenant un élément électriquement conducteur allongé, il est connu de EP0308111A1 d'ajouter une couche de protection thermique, notamment par enroulement autour de la couche métallique d'un ruban minéral, par exemple en mica. Toutefois, le ruban minéral ne remplit pas correctement les interstices existants entre la couche métallique et la gaine externe. En effet, la couche métallique n'a pas une surface complètement plane de par les ouvertures qu'elle comporte. D'autre part le ruban minéral peut glisser par rapport à la couche métallique de sorte que le ruban minéral ne forme plus une enveloppe continue autour de la couche métallique. Il en résulte que la tenue au feu n'est pas optimisée.

[0010] Ainsi, le but de l'invention est de fournir un câble ayant une bonne tenue au feu, et notamment dans lequel la ou les couche(s) électriquement isolante(s) du ou des éléments électriquement conducteurs individuellement isolés sont protégées contre le feu, tout en garantissant une bonne flexibilité dudit câble.

[0011] L'invention a pour premier objet un câble comprenant au moins un élément électriquement conducteur isolé, et au moins une gaine externe entourant ledit élément électriquement conducteur isolé, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une couche de bourrage comprenant un matériau fibreux non tissé et un matériau géopolymère imprégnant ledit matériau fibreux non tissé, ladite couche de bourrage étant interposée entre ledit élément électriquement conducteur isolé et la gaine externe.

[0012] Grâce à cette couche de bourrage comprenant un matériau fibreux non tissé et un matériau géopolymère imprégnant ledit matériau fibreux non tissé, on obtient un câble ayant une bonne tenue au feu, et notamment dans lequel la ou les couche(s) électriquement isolante(s) du ou des éléments électriquement conducteurs individuellement isolés sont protégées contre le feu, tout en garantissant une bonne flexibilité dudit câble.

[0013] Dans l'invention, l'expression « ladite couche de bourrage étant interposée entre ledit élément électriquement conducteur isolé et la gaine externe » signifie que la couche de bourrage est positionnée entre ledit élément électriquement conducteur isolé et la gaine externe. En d'autres termes, la gaine externe entoure la couche de bourrage, et la couche de bourrage entoure ledit élément électriquement conducteur isolé.

[0014] Dans l'invention, l'expression « couche de bourrage » signifie également « couche bourrante ». Elle est également bien connue selon l'anglicisme « bedding layer ».

[0015] Ledit élément électriquement conducteur isolé est isolé avec (par) une couche électriquement isolante.

[0016] Dans la présente invention, on entend par « couche électriquement isolante » une couche dont la conductivité électrique peut être d'au plus 1.10^{-9} S/m, et de préférence d'au plus 1.10^{-10} S/m (siemens par mètre) (à 25°C).

[0017] La couche électriquement isolante de l'élément électriquement conducteur isolé peut comprendre au moins un matériau polymère, notamment choisi parmi les polymères réticulés et non réticulés, les polymères du type inorganique et du type organique.

[0018] Le matériau polymère peut être un homo- ou un co-polymère ayant des propriétés thermoplastiques et/ou élastomères.

[0019] Le matériau polymère est de préférence non halogéné.

[0020] Les polymères du type inorganique peuvent être des polyorganosiloxanes.

[0021] Les polymères du type organique peuvent être des polyuréthanes ou des polyoléfines.

[0022] Les polyoléfines peuvent être choisies parmi les polymères d'éthylène et de propylène. A titre d'exemple de polymères d'éthylène, on peut citer le polyéthylène linéaire basse densité (LLDPE), le polyéthylène basse densité (LDPE), le polyéthylène moyenne densité (MDPE), le polyéthylène haute densité (HDPE), les copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle (EVA), les copolymères d'éthylène et d'acrylate de butyle (EBA), d'acrylate de méthyle (EMA), de 2-hexyléthyl acrylate (2HEA), les copolymères d'éthylène et d'alpha-oléfines tels que par exemple les polyéthylène-octène (PEO), les copolymères d'éthylène et de propylène (EPR), ou les terpolymères d'éthylène et de propylène (EPT) tels que par exemple les terpolymères d'éthylène propylène diène monomère (EPDM).

[0023] L'élément électriquement conducteur allongé peut comprendre un métal choisi parmi le cuivre et l'aluminium.

[0024] Le cuivre est préféré.

[0025] Avantagusement, le câble conforme à l'invention satisfait à au moins une des normes de réaction ou non-propagation au feu choisies parmi les normes EN 60332-1, EN 60332-3, et EN 50399 (2012/02 + A1 2016) ; et de préférence à la norme EN 50399 (2012/02 + A1 2016), en particulier aux critères de classification B2ca, s1a, d0, a1 de ladite norme, et éventuellement aux normes EN 60332-1 et EN 60332-3.

[0026] Le câble de l'invention peut avoir une configuration ou structure selon l'une ou l'autre des première et deuxième variantes telles que décrites ci-après.

Première variante

[0027] Selon une première variante, le câble de l'invention comprend une pluralité d'éléments électriquement conducteurs isolés, et la couche de bourrage entoure ladite pluralité d'éléments électriquement conducteurs isolés.

[0028] Ainsi, la tenue au feu est optimisée tout en garantissant une bonne flexibilité du câble. La couche de bourrage remplit à la fois la fonction de protection contre la propagation du feu et la fonction de bourrage « proprement dite » qui permet d'assurer la formation d'une enveloppe continue en minimisant de façon significative, voire évitant les interstices entre la gaine externe et les éléments électriquement conducteurs isolés.

[0029] Dans cette première variante, le câble est de préférence un câble d'énergie, en particulier un câble d'énergie basse tension.

[0030] Dans cette première variante, la couche de bourrage est de préférence directement en contact physique avec la pluralité d'éléments électriquement conducteurs isolés.

[0031] Le câble selon la première variante est de préférence un câble d'énergie, en particulier un câble d'énergie basse tension.

[0032] Dans cette première variante, chacun des éléments électriquement conducteurs allongés isolés est isolé avec (par) une couche électriquement isolante telle que définie ci-dessus.

[0033] Selon une forme de réalisation préférée de cette première variante, la couche électriquement isolante de chacun des éléments électriquement conducteurs allongés isolés comprend au moins une polyoléfine, de façon particulièrement préférée choisie parmi les homopolymères et copolymères d'éthylène. À titre d'exemples d'homopolymères et copolymères d'éthylène, on peut citer le polyéthylène linéaire basse densité (LLDPE), le polyéthylène basse densité (LDPE), le polyéthylène moyenne densité (MDPE), ou le polyéthylène haute densité (HDPE), les polyéthylènes précités pouvant être sous forme réticulée ou non réticulée.

Deuxième variante

[0034] Selon une deuxième variante, le câble de l'invention comprend en outre une couche métallique contenant une ou plusieurs ouvertures, ladite couche métallique entourant l'élément électriquement conducteur isolé, et ladite couche de bourrage entourant la couche métallique.

[0035] Ainsi, la tenue au feu est optimisée tout en garantissant une bonne flexibilité du câble. La couche de bourrage

remplit à la fois la fonction de protection contre la propagation du feu et la fonction de bourrage « proprement dite » qui permet d'assurer la formation d'une enveloppe continue en minimisant de façon significative, voire évitant les interstices entre la gaine externe et les éléments électriquement conducteurs isolés. En particulier, de par les ouvertures de la couche métallique, le ou les conducteurs isolés sont très facilement inflammables, et la couche de bourrage permet

d'assurer une protection optimale du câble en cas de feu.

[0036] Les ouvertures peuvent être des fentes, longitudinales ou faisant un angle avec l'axe du câble, des successions de trous alignés sur des segments parallèles à l'axe du câble, ou une fente continue de forme spécifique.

[0037] La couche métallique peut comprendre un métal choisi parmi le cuivre, et l'aluminium.

[0038] Le cuivre est préféré.

[0039] La couche métallique est également appelée « conducteur extérieur ».

[0040] La couche métallique a de préférence une épaisseur allant de 0,1 à 0,3 mm.

[0041] Selon une forme de réalisation préférée de cette deuxième variante, la couche électriquement isolante de l'élément électriquement conducteur allongé isolé comprend au moins une polyoléfine, et de façon particulièrement préférée choisie parmi les homopolymères et copolymères d'éthylène.

[0042] Dans un mode de réalisation, le matériau polymère de la couche électriquement isolante de l'élément électriquement conducteur allongé isolé est un matériau polymère expansé, tel que par exemple un polyéthylène expansé ou sous la forme d'une mousse.

[0043] Dans un mode de réalisation particulier, la couche de bourrage est directement en contact physique avec la couche métallique.

[0044] Dans un autre mode de réalisation, le câble comprend en outre une couche polymère entre la couche métallique et la couche de bourrage. Ainsi, la couche de bourrage entoure la couche polymère, et la couche polymère entoure la couche métallique. Dans ce mode de réalisation, le maintien de la couche métallique lors de la fabrication du câble est facilité.

[0045] Le mode de réalisation selon lequel la couche de bourrage est directement en contact physique avec la couche métallique est préféré. Cela permet d'obtenir un bon compromis en termes de coût de fabrication et de tenue au feu.

[0046] La couche polymère peut être une couche électriquement isolante.

[0047] Selon une forme de réalisation de l'invention, la couche polymère comprend un matériau polymère pouvant être choisi parmi les polyoléfines telles que les polymères d'éthylène et/ou de propylène. À titre d'exemple de polymères d'éthylène, on peut citer le polyéthylène linéaire basse densité (LLDPE), le polyéthylène basse densité (LDPE), le polyéthylène moyenne densité (MDPE), le polyéthylène haute densité (HDPE), les copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle (EVA), les copolymères d'éthylène et d'acrylate de butyle (EBA), d'acrylate de méthyle (EMA), de 2-hexyléthyl acrylate (2HEA), les copolymères d'éthylène et d'alpha-oléfines tels que par exemple les polyéthylène-octène (PEO), les copolymères d'éthylène et de propylène (EPR), ou les terpolymères d'éthylène et de propylène (EPT) tels que par exemple les terpolymères d'éthylène propylène diène monomère (EPDM).

[0048] Le câble selon la deuxième variante est de préférence un câble rayonnant.

[0049] Le câble rayonnant peut être installé dans des zones où les radiocommunications sont difficiles voire impossibles. Il peut être adapté pour les tunnels (métro, routier, ferroviaire), les bâtiments (aéroport, centre commercial, immeuble commercial, gare, stade), ou sur des installations embarquées (train, bateau, plateforme pétrolière).

[0050] Le câble rayonnant de l'invention peut permettre de transmettre les radiofréquences (RF) et les hyperfréquences d'ondes électromagnétiques sous la forme d'ondes électromagnétiques transversales (TEM) homogènes, réparties sur toute leur longueur. Il peut en outre assurer une double fonction d'émission-réception desdites ondes électromagnétiques et rendre par exemple l'intérieur d'un tunnel ou d'un immeuble transparent vis-à-vis de l'extérieur.

[0051] La couche métallique est communément appelée « conducteur externe ». Elle présente généralement la particularité de disposer d'ouvertures ou fentes, par exemple agencées en motifs répétés périodiquement tout le long du câble. Grâce aux ouvertures ou fentes, des niveaux contrôlés d'énergie électromagnétique peuvent rayonner vers l'extérieur et vers l'intérieur du câble. Le câble peut alors fonctionner comme une longue antenne.

Le matériau géopolymère

[0052] Dans la présente invention, l'expression « matériau géopolymère » signifie un matériau solide comprenant du silicium (Si), de l'aluminium (Al), de l'oxygène (O) et au moins un élément choisi parmi le potassium (K), le sodium (Na), le lithium (Li), le césium (Cs) et le calcium (Ca).

[0053] Dans la présente invention, le matériau géopolymère est obtenu par durcissement d'une composition géopolymère telle que définie ci-après.

[0054] Le durcissement s'effectue par réaction interne du type polycondensation ou du type hydrothermal et il n'est pas le résultat d'un simple séchage, comme c'est généralement le cas pour des liants à base de silicates alcalins.

[0055] En effet, les matériaux géopolymères résultent d'une réaction de polycondensation minérale par activation alcaline, dite géosynthèse, par opposition aux liants traditionnels hydrauliques dans lesquels le durcissement est le

résultat d'une hydratation des aluminates de calcium et des silicates de calcium.

[0056] Le matériau géopolymère peut être un matériau géopolymère aluminosilicate.

[0057] Le matériau géopolymère aluminosilicate peut être choisi parmi les poly(sialates) répondant à la formule (I) $M_n(-Si-O-Al-O-)_n [(M)-PS]$, les poly(sialate-siloxos) répondant à la formule (II) $M_n(-Si-O-Al-O-Si-O-)_n [(M)-PPS]$, les poly(sialate-disiloxos) répondant à la formule (III) $M_n(-Si-O-Al-O-Si-O-Si-O-)_n [(M)-PSDS]$, formules dans lesquelles M représente au moins un cation alcalin K, Na, Li, Cs ou l'un de leurs mélanges, et n désigne le degré de polymérisation. Dans le composé de formule (I) le rapport molaire Si/Al est de 1, dans le composé de formule (II) le rapport molaire Si/Al est de 2, et dans le composé de formule (III), il est de 3.

[0058] Le rapport molaire Si/Al influence les propriétés mécaniques du matériau géopolymère, en particulier ses propriétés de résistance à une contrainte mécanique (Module de Young). Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, le matériau géopolymère est choisi parmi les composés dans lesquels le rapport molaire Si/Al varie de 1,9 à 6 environ et encore plus préférentiellement de 1,9 à 4 environ. Le choix de ce matériau géopolymère permet d'avoir une couche de bourrage résistante au feu tout en étant assez flexible pour permettre au câble conforme à l'invention d'être manipulé sans entraîner de fissures au sein de la couche.

[0059] Dans un mode de réalisation, le matériau géopolymère représente de 5 à 98% en poids environ, de préférence de 55 à 95% en poids environ, et de préférence encore de 65 à 90% en poids environ, par rapport au poids total de la couche de bourrage.

[0060] Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, le matériau géopolymère est obtenu à partir d'une composition géopolymère comprenant au moins un aluminosilicate, un silicate alcalin, de l'eau, et éventuellement une base alcaline.

Le matériau fibreux non tissé

[0061] Le matériau fibreux non tissé a de préférence une structure souple et flexible.

[0062] Le matériau fibreux non tissé entrant dans la composition de la couche de bourrage selon l'invention peut être choisi parmi les matériaux cellulosiques, les matériaux à base de polymères organiques synthétiques, les fibres de verre, et un de leurs mélanges, et de préférence parmi les matériaux à base de polymères organiques synthétiques.

[0063] Les matériaux cellulosiques peuvent être choisis parmi le papier, en particulier le papier buvard ; les matériaux non tissés fabriqués à partir de cellulose fonctionnalisée ou non fonctionnalisée ; les matrices à structure alvéolaire et/ou fibreuse fabriquées à partir de fibres naturelles d'acétate de cellulose.

[0064] Les matériaux à base de polymères organiques synthétiques peuvent être choisis parmi les matériaux polymères à matrice poreuse et/ou fibreuse de polyoléfine(s), en particulier ceux choisis parmi les homo- et copolymères de propylène, les homo- et copolymères d'éthylène, les polyéthylènes haute densité (HDPE), les polyamides aromatiques (aramides), les polyesters, et un de leurs mélanges.

[0065] Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, le matériau fibreux non tissé est un polyéthylène téréphtalate (PET).

[0066] Le matériau fibreux non tissé présente de préférence un grammage allant de 70 à 120 g/cm² environ. Cela permet ainsi d'obtenir une couche de bourrage suffisamment flexible pour pouvoir être manipulée facilement, et suffisamment robuste pour obtenir une bonne protection au feu.

[0067] Le matériau fibreux non tissé peut en particulier se présenter sous la forme d'une bande ou d'un ruban.

[0068] Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, le matériau fibreux représente de 2 à 95% en poids environ, de façon particulièrement préférée de 5 à 45% en poids environ, et encore plus préférentiellement de 10 à 35% en poids environ, par rapport au poids total de la couche de bourrage.

La couche de bourrage

[0069] La couche de bourrage présente de préférence une épaisseur allant de 0,2 à 4 mm environ, et de préférence allant de 0,5 à 1,5 mm environ.

[0070] La couche de bourrage peut comprendre en outre au moins un additif choisi parmi les additifs polymères organiques, et les agents retardant la prise en masse de la composition géopolymère à température ambiante.

[0071] L'additif polymère organique est destiné à améliorer la cohésion de la couche de bourrage et son adhérence sur la couche du câble avec laquelle elle est destinée à être en contact.

[0072] L'additif polymère organique est de préférence choisi parmi le polypropylène ; les copolymères de styrène-butadiène (SBR) ; les copolymères de styrène-butadiène-éthylène (EBS) ; les dérivés des copolymères de styrène-éthylène, notamment ceux commercialisés par Kraton tels que les copolymères de styrène-éthylène-butylène-styrène (SEBS), les copolymères de styrène-butadiène-styrène (SBS), les copolymères de styrène-isoprène-styrène (SIS), les copolymères de styrène-propylène-éthylène (EPS) ou les copolymères de styrène-éthylène-propylène-styrène (SEPS) ; les copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle (EVA), les polyorganosiloxanes réticulés (e.g. à l'aide d'un peroxyde) ;

le polyéthylène ; la cellulose et ses dérivés tels que l'acétate de cellulose ; et l'un de leurs mélanges.

[0073] La cellulose et ses dérivés tels que l'acétate de cellulose sont préférés.

[0074] L'additif polymère organique peut être sous la forme de fibres ou d'une poudre.

[0075] Lorsqu'il est utilisé, l'additif polymère organique représente de préférence de 2 à 70% en poids environ, et encore plus préférentiellement de 30 à 50% en poids environ, par rapport au poids total de la couche de bourrage, notamment selon l'application et la flexibilité recherchée.

[0076] L'agent retardant la prise en masse permet à la composition géopolymère de rester malléable plus longtemps.

[0077] De tels agents retardateurs peuvent être choisis parmi l'ammonium, les métaux alcalins, les métaux alcalino-terreux, le borax, les lignosulfonates et en particulier les sels de métaux de lignosulfonates de calcium, les celluloses telles que la carboxyméthyl hydroéthyl cellulose, les lignines sulfoalkylées telles que par exemple la lignine sulfométhylée, les acides hydroxycarboxyliques, les copolymères de sels d'acide 2-acrylamido-2-méthylpropane sulfonique et d'acide acrylique ou d'acide maléique, les sels saturés, et leurs mélanges.

[0078] Les lignosulfonates sont préférés.

[0079] Lorsqu'il est utilisé, l'agent retardateur représente de préférence de 5 à 60% en poids environ, et encore plus préférentiellement de 10 à 30% en poids environ, par rapport au poids total de la couche de bourrage.

[0080] Selon une forme de réalisation particulièrement préférée de l'invention, la couche de bourrage ne comprend pas d'additif(s). En d'autres termes, elle peut être uniquement constituée, outre les impuretés inévitables, du matériau fibreux non tissé et du matériau géopolymère.

La gaine externe

[0081] La gaine externe est de préférence une gaine électriquement isolante.

[0082] Dans un mode de réalisation particulier, la gaine externe est directement en contact physique avec la couche de bourrage.

[0083] La gaine externe est de préférence réalisée en un matériau exempt d'halogène. Elle peut être réalisée classiquement à partir de matériaux retardant la propagation de la flamme ou résistant à la propagation de la flamme. Notamment, si ces derniers ne contiennent pas d'halogène, on parle de gainage de type HFFR (pour l'anglicisme « *Halogen Free Flame Retardant* »).

[0084] La gaine externe représente la couche la plus externe du câble (i.e. également appelée gaine extérieure de protection).

Elle comprend au moins un matériau polymère

[0085] Le choix du matériau polymère n'est pas limitatif et ceux-ci sont bien connus de l'homme du métier.

[0086] Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, le matériau polymère est choisi parmi les polymères réticulés et non réticulés, les polymères du type inorganique et du type organique.

[0087] Le matériau polymère peut être un homo- ou un co-polymère ayant des propriétés thermoplastiques et/ou élastomères.

[0088] Les polymères du type inorganique peuvent être des polyorganosiloxanes.

[0089] Les polymères du type organique peuvent être des polyuréthanes ou des polyoléfines.

[0090] Les polyoléfines peuvent être choisies parmi les polymères d'éthylène et de propylène. A titre d'exemple de polymères d'éthylène, on peut citer le polyéthylène linéaire basse densité (LLDPE), le polyéthylène basse densité (LDPE), le polyéthylène moyenne densité (MDPE), le polyéthylène haute densité (HDPE), les copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle (EVA), les copolymères d'éthylène et d'acrylate de butyle (EBA), d'acrylate de méthyle (EMA), de 2-hexyléthyl acrylate (2HEA), les copolymères d'éthylène et d'alpha-oléfines tels que par exemple les polyéthylène-octène (PEO), les copolymères d'éthylène et de propylène (EPR), ou les terpolymères d'éthylène et de propylène (EPT) tels que par exemple les terpolymères d'éthylène propylène diène monomère (EPDM).

[0091] La gaine externe peut comprendre en outre une charge minérale ignifugeante hydratée. Cette charge minérale ignifugeante hydratée agit principalement par voie physique en se décomposant de manière endothermique (e.g. libération d'eau), ce qui a pour conséquence d'abaisser la température de la gaine et de limiter la propagation des flammes le long du câble. On parle notamment de propriétés de retard à la flamme, bien connues sous l'anglicisme « *flame retardant* ».

[0092] La charge minérale ignifugeante hydratée peut être un hydroxyde métallique tel que l'hydroxyde de magnésium ou le trihydroxyde d'aluminium.

[0093] La présente invention a pour deuxième objet un procédé de fabrication d'un câble tel que défini dans le premier objet de l'invention, caractérisé en ce qu'il comprend au moins les étapes suivantes :

i) une étape d'application du matériau fibreux non tissé autour de l'élément électriquement conducteur isolé, pour

former un ensemble matériau fibreux non tissé/élément électriquement conducteur isolé ;

ii) une étape d'imprégnation de l'ensemble matériau fibreux non tissé/élément électriquement conducteur isolé obtenu à l'étape ii), par une composition géopolymère ;

iii) une étape de durcissement de la composition géopolymère, pour former le matériau géopolymère, et

iv) une étape d'application de la gaine externe.

[0094] Le procédé conforme à l'invention est rapide, simple et avantageux d'un point de vue économique. Il permet d'accéder à des câbles présentant une bonne protection contre la propagation du feu.

Étape i)

[0095] Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, le matériau fibreux non tissé se présente sous forme d'un ruban ou d'une bande, et l'étape i) d'application dudit matériau fibreux est alors réalisée par enroulement dudit ruban ou de ladite bande autour d'un ou de plusieurs éléments conducteurs allongés, ledit enroulement pouvant en outre être effectué avec des zones de recouvrement.

[0096] Lorsque le câble est défini selon la première variante du premier objet de l'invention, l'application dudit matériau fibreux non tissé lors de l'étape ii) est effectuée de préférence autour de la pluralité d'éléments électriquement conducteurs allongés isolés, pour former un ensemble matériau fibreux non tissé/pluralité d'éléments électriquement conducteurs allongés isolés.

[0097] L'application du matériau fibreux non tissé lors de l'étape ii) est alors préférentiellement longitudinale (i.e. selon l'axe longitudinal du câble).

[0098] Lorsque le câble est défini selon la deuxième variante du premier objet de l'invention, l'application dudit matériau fibreux non tissé lors de l'étape ii) est effectuée de préférence autour de la couche métallique, pour former un ensemble matériau fibreux non tissé/couche métallique/élément électriquement conducteur isolé.

[0099] L'application du matériau fibreux non tissé lors de l'étape ii) peut alors être hélicoïdale ou longitudinale, et préférentiellement hélicoïdale.

Étape ii)

[0100] La composition géopolymère de l'étape ii) est de préférence une composition géopolymère aluminosilicate.

[0101] Selon une forme de réalisation particulièrement préférée de l'invention, la composition géopolymère comprend au moins un aluminosilicate, un silicate alcalin, de l'eau, et éventuellement une base alcaline

[0102] L'aluminosilicate peut être choisi parmi les métakaolins (i.e. kaolins calcinés), les cendres volantes (bien connues sous l'anglicisme « *fly ash* »), le laitier de haut fourneau (bien connu sous l'anglicisme « *blast furnace slag* »), les argiles gonflantes telles que la bentonite, les argiles calcinées, tout type de composé comprenant de l'aluminium et de la fumée de silice, les zéolithes et un de leurs mélanges.

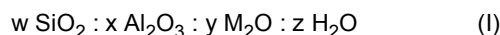
[0103] Parmi ces composés, les métakaolins sont préférés, notamment ceux commercialisés par la société Imérys.

[0104] Le silicate alcalin peut être choisi parmi les silicates de sodium, les silicates de potassium, et un de leurs mélanges.

[0105] Les silicates alcalins commercialisés par la société Silmaco ou par la société PQ Corporation sont préférés.

[0106] La base alcaline peut être choisie parmi KOH, NaOH, et leur mélange.

[0107] La composition géopolymère de l'étape ii) peut répondre à la composition molaire suivante (1) :



dans laquelle :

- M est choisi parmi Na, K, Li, Cs et l'un de leurs mélanges,
- w est une valeur comprise entre 0,1 et 8 environ,
- x est une valeur comprise entre 0,1 et 0,3 environ,
- y est une valeur comprise entre 0,05 et 0,2 environ,

- w est une valeur comprise entre 0,8 et 3 environ.

[0108] La composition géopolymère de l'invention peut comprendre de 35% à 80% en poids environ, et de préférence de 40% à 70% en poids environ, de matières solides (silicate alcalin(s), aluminosilicate(s) et base alcaline), par rapport au poids total de ladite composition géopolymère.

[0109] Le rapport massique matières solides/eau dans ladite composition géopolymère détermine la cinétique de solidification lors de l'étape iv).

Étape iii)

[0110] L'étape iii) est généralement effectuée à température ambiante (e.g. 18-25°C environ). En effet, la polymérisation pour former le matériau géopolymère s'effectue à température ambiante.

[0111] La vitesse de durcissement de l'étape iii) peut aller de 30 à 300 minutes environ à 25°C environ (i.e. à la température ambiante).

[0112] Cependant, il est tout à fait possible de retarder le durcissement de l'étape iii) en ajoutant à la composition géopolymère au moins un agent retardateur de la prise en masse tel que défini dans le premier objet de l'invention.

[0113] Comme indiqué précédemment, l'agent retardateur est de préférence choisi parmi les lignosulfonates.

Étape iv)

[0114] Lors de l'étape iv), la gaine externe est appliquée autour de la couche constituée dudit matériau fibreux imprégné de la composition géopolymère.

[0115] La réalisation de cette gaine externe peut notamment être réalisée par extrusion.

[0116] Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, les étapes ii), iii) et iv) sont concomitantes. Cela permet ainsi d'obtenir le câble facilement et de façon simple.

Étape i₀)

[0117] Le procédé peut comprendre en outre avant l'étape i), une étape i₀) de préparation de la composition géopolymère.

[0118] L'étape i₀) est généralement effectuée à un pH élevé, notamment variant de 10 à 13.

[0119] Lorsque la composition cimentaire est une composition géopolymère aluminosilicate, l'étape i₀) comprend de préférence les sous-étapes suivantes :

i₀₁) une sous-étape de préparation d'une solution aqueuse de silicate alcalin de rapport molaire SiO₂/M₂O allant de 1,65 à 3,4 environ, la concentration massique du silicate alcalin dans l'eau pouvant aller de 35 à 90% environ, et

i₀₂) une sous-étape de mélange d'un aluminosilicate sous forme de poudre, de rapport molaire Al₂O₃/SiO₂ allant de 0,4 à 0,8 avec la solution aqueuse de silicate alcalin préparée à l'étape précédente, la concentration massique de l'aluminosilicate dans la solution aqueuse de silicate alcalin préparée à l'étape précédente pouvant aller de 10 à 80% environ, et de préférence de 25 à 65% environ.

[0120] La solution aqueuse de silicate alcalin peut être préparée en mélangeant du dioxyde de silicium SiO₂ ou un silicate alcalin avec une base MOH dans laquelle M est K ou Na.

[0121] Le dioxyde de silicium SiO₂ peut être choisi parmi la fumée de silice (i.e. silice pyrogénée), le quartz, et leurs mélanges.

[0122] La sous-étape i₀₁) peut être effectuée en dissolvant la base dans de l'eau, entraînant un dégagement de chaleur (réaction exothermique), puis en ajoutant la silice (ou le silicate alcalin). La chaleur dégagée accélère alors la dissolution de la silice (ou du silicate alcalin) lors de la sous-étape i₁) et de l'aluminosilicate lors de la sous-étape i₀₂) et de ce fait la prise de la composition géopolymère.

[0123] A l'issue de la sous-étape i₀₂), la composition géopolymère présente une viscosité qui augmente avec le temps lorsqu'elle est exposée à l'air libre.

[0124] L'invention a pour troisième objet l'utilisation d'une couche de bourrage telle que définie dans le premier objet de l'invention, dans un câble de transmission de données tel qu'un câble rayonnant ou un câble d'énergie basse tension.

[0125] En particulier, la couche de bourrage comprend un matériau fibreux non tissé et un matériau géopolymère imprégnant ledit matériau fibreux non tissé.

[0126] Le matériau fibreux non tissé et le matériau géopolymère peuvent être tels que définis dans le premier objet de l'invention.

[0127] L'invention sera mieux comprise, et d'autres buts, détails, caractéristiques et avantages de celle-ci apparaîtront plus clairement au cours de la description suivante de modes de réalisation particuliers de l'invention, donnés uniquement à titre illustratif et non limitatif, en référence aux figures annexées.

[0128] Sur ces figures :

- la figure 1 est une photographie d'un câble conforme à l'invention ;
- la figure 2 est une photographie d'un câble conforme à l'invention.

[0129] Pour des raisons de clarté, seuls les éléments essentiels pour la compréhension de l'invention ont été représentés de manière schématique sur ces figures, et ceci sans respect de l'échelle.

[0130] Le câble 10, illustré sur la figure 1, correspond à un câble coaxial rayonnant pour installations typiques en tunnels routiers ou ferroviaires pour des transmissions mono- ou bidirectionnelles comprises dans les bandes de fréquences comprises entre 40 MHz et 2,7 GHz.

[0131] Ce câble électrique 10 comprend: un élément électriquement conducteur central allongé 1, préférentiellement en cuivre, et successivement et coaxialement autour de cet électriquement conducteur central allongé 1, une couche en polymère expansé 2, de préférence en polyéthylène expansé, un élément électriquement conducteur externe 3, préférentiellement en cuivre et sous la forme d'un ruban longitudinal perforé et replié cylindriquement autour de la couche en polymère expansé 2, une couche de bourrage 4 telle que définie dans l'invention, et une gaine externe de protection 5, de préférence comprenant au moins un matériau thermoplastique.

[0132] Le câble électrique 20, illustré sur la figure 2, correspond également à un câble coaxial rayonnant pour installations typiques en tunnels routiers ou ferroviaires pour des transmissions mono- ou bidirectionnelles comprises dans les bandes de fréquences comprises entre 40 MHz et 2,7 GHz, mais pourvu d'une gaine intermédiaire.

[0133] Ce câble électrique 20 comprend : un élément électriquement conducteur central allongé 21, préférentiellement en cuivre, et successivement et coaxialement autour de cet électriquement conducteur central allongé 21, une couche en polymère expansé 22, de préférence en polyéthylène expansé, un élément électriquement conducteur externe 3, préférentiellement en cuivre et sous la forme d'un ruban longitudinal perforé et replié cylindriquement autour de la couche en polymère expansé 22, une gaine interne 25, de préférence comprenant au moins matériau thermoplastique, une couche de bourrage 24 telle que définie dans l'invention, et une gaine externe de protection 26, de préférence comprenant au moins un matériau thermoplastique.

[0134] Les exemples suivants permettent d'illustrer la présente invention. Ils n'ont pas de caractère limitatif sur la portée globale de l'invention telle que présentée dans les revendications. Les rapports entre les oxydes sont des rapports molaires et les % indiqués sont en poids.

EXEMPLES

[0135] Les matières premières utilisées dans les exemples, sont listées ci-après :

- solution aqueuse de silicate de sodium à 50% massique environ de type « *waterglass* », Simalco, de formule $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ et de rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de 2 environ,
- eau courante,
- hydroxyde de sodium, Sigma Aldrich, de pureté > 85%,
- aluminosilicate, PoleStar® 450R, Imerys, de rapport molaire $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ de 41/55 (i.e. de 0,745 environ),
- matériau non tissé en Polyester, GT320, GECA TAPES.

[0136] Sauf indications contraires, toutes ces matières premières ont été utilisées telles que reçues des fabricants.

Exemple 1 : préparation d'un câble rayonnant conforme à l'invention

[0137] Une composition géopolymère aluminosilicate a été préparée de la façon suivante : une solution de silicate alcalin a été préparée en mélangeant 3 kg d'une solution aqueuse de silicate de sodium, 0,1 kg d'eau et 0,8 kg d'hydroxyde de sodium. Puis, 0,9 kg d'aluminosilicate ont été mélangés avec la solution de silicate alcalin.

[0138] Ladite composition comprend 67% en poids environ de matières solides, par rapport à la masse totale de ladite composition.

EP 3 640 956 A1

[0139] Un matériau non tissé en polyester a ensuite été enroulé autour d'un câble comprenant un élément électriquement conducteur en cuivre isolé avec une couche de polyéthylène expansé, ladite couche de polyéthylène expansé étant entourée par une couche métallique en cuivre (conducteur externe).

[0140] L'ensemble a été imprégné dans la composition géopolymère aluminosilicate telle que préparée ci-avant. L'assemblage obtenu a ensuite été recouvert par extrusion à chaud d'une gaine protectrice polymère à base d'un mélange HFFR produit par NEXANS à base de polyéthylène et de charges ignifugeantes, ladite gaine ayant une épaisseur de 2 mm. On a ainsi obtenu un câble rayonnant conforme à l'invention. Les performances à la flamme du câble rayonnant sont déterminées suivant la norme EN50399. 5 tronçons de câble positionnés sur une échelle verticale sont exposés à une flamme 20kW de puissance pendant 20 min. Les résultats sont reportés dans le tableau ci-dessous :

TABLEAU

Compositions	Valeurs	Classe selon EN50399
pHRR (kW)	28,5	B2ca
Temps au pic HRR (s)	1482	
THR (MJ)	13,1	
FIGRA (w/s)	25,5	
propagation de la flamme (m)	0,82	
Gouttelettes enflammées	Aucune	d0
SPR (m ² /s)	0,07	s1
Temps au pic SPR (s)	1497	
TSP (m ²)	28,08	

[0141] Dans ce tableau, l'acronyme HRR correspond à l'expression anglophone « *Heat Release Rate* » qui renseigne sur le débit calorifique, l'acronyme THR correspond à l'expression anglophone « *Total Heat Release* » qui renseigne sur la quantité de chaleur dégagée lors de la combustion, l'acronyme FIGRA correspond à l'expression anglophone « *Fire Growth Rate* » qui renseigne sur la vitesse de croissance du feu, l'acronyme SPR correspond à l'expression anglophone « *Smoke Production Rate* » qui renseigne sur la vitesse de production de fumée, et l'acronyme TSP correspond à l'expression anglophone « *Total Smoke Production* » qui renseigne sur la quantité totale de fumée produite.

[0142] Ces résultats démontrent que le câble rayonnant conforme à l'invention présente les propriétés de protection au feu maximales au regard des exigences de la norme Européenne EN50399.

Revendications

1. Câble comprenant au moins un élément électriquement conducteur isolé, et au moins une gaine externe entourant ledit élément électriquement conducteur isolé, **caractérisé en ce que** :

- ledit câble comprend en outre une couche de bourrage comprenant un matériau fibreux non tissé et un matériau géopolymère imprégnant ledit matériau fibreux non tissé, ladite couche de bourrage étant interposée entre ledit élément électriquement conducteur isolé et la gaine externe, et

en ce que :

- ledit câble comprend une pluralité d'éléments électriquement conducteurs isolés, et la couche de bourrage entoure ladite pluralité d'éléments électriquement conducteurs isolés, ou
- ledit câble comprend en outre une couche métallique contenant une ou plusieurs ouvertures, ladite couche métallique entourant l'élément électriquement conducteur isolé, et ladite couche de bourrage entourant la couche métallique.

2. Câble selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** ledit câble comprend en outre une couche métallique contenant une ou plusieurs ouvertures, ladite couche métallique entourant l'élément électriquement conducteur isolé, et ladite couche de bourrage entourant la couche métallique, et la couche de bourrage est directement en contact physique avec la couche métallique.

3. Câble selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** ledit câble comprend en outre une couche métallique contenant une ou plusieurs ouvertures, ladite couche métallique entourant l'élément électriquement conducteur isolé, et ladite couche de bourrage entourant la couche métallique, et ledit câble comprend en outre une couche polymère entre la couche métallique et la couche de bourrage.
4. Câble selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** ledit câble comprend en outre une couche métallique contenant une ou plusieurs ouvertures, ladite couche métallique entourant l'élément électriquement conducteur isolé, et ladite couche de bourrage entourant la couche métallique et l'élément électriquement conducteur isolé est isolé avec une couche électriquement isolante comprenant au moins un matériau polymère expansé.
5. Câble selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le matériau géopolymère est un matériau géopolymère aluminosilicate.
6. Câble selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le matériau géopolymère représente de 55 à 95% en poids, par rapport au poids total de la couche de bourrage.
7. Câble selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le matériau fibreux non tissé est choisi parmi les matériaux cellulosiques, les matériaux à base de polymères organiques synthétiques, les fibres de verre, et un de leurs mélanges.
8. Câble selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le matériau fibreux non tissé se présente sous la forme d'une bande ou d'un ruban.
9. Câble selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le matériau géopolymère est obtenu à partir d'une composition géopolymère comprenant au moins un aluminosilicate, un silicate alcalin, de l'eau, et éventuellement une base alcaline.
10. Câble selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** satisfait aux critères de classification B2ca, s1a, d0, a1 de la norme EN 50399 (2012/02 + A1 2016), et éventuellement aux normes EN 60332-1 et EN 60332-3.
11. Procédé de fabrication d'un câble tel que défini à l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** comprend au moins les étapes suivantes :
 - i) une étape d'application du matériau fibreux non tissé autour de l'élément électriquement conducteur isolé, pour former un ensemble matériau fibreux non tissé/élément électriquement conducteur isolé ;
 - ii) une étape d'imprégnation de l'ensemble matériau fibreux non tissé/élément électriquement conducteur isolé obtenu à l'étape ii), par une composition géopolymère ;
 - iii) une étape de durcissement de la composition géopolymère, pour former le matériau géopolymère, et
 - iv) une étape d'application de la gaine externe.
12. Procédé selon la revendication 11, **caractérisé en ce que** l'application dudit matériau fibreux non tissé lors de l'étape ii) est effectuée autour de la couche métallique, pour former un ensemble matériau fibreux non tissé/couche métallique/élément électriquement conducteur isolé.
13. Procédé selon la revendication 12, **caractérisé en ce que** l'application du matériau fibreux non tissé lors de l'étape ii) est hélicoïdale ou longitudinale.
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 13, **caractérisé en ce que** les étapes ii), iii) et iv) sont concomitantes.
15. Utilisation d'une couche de bourrage telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 9, dans un câble de transmission de données tel qu'un câble rayonnant ou un câble d'énergie basse tension.

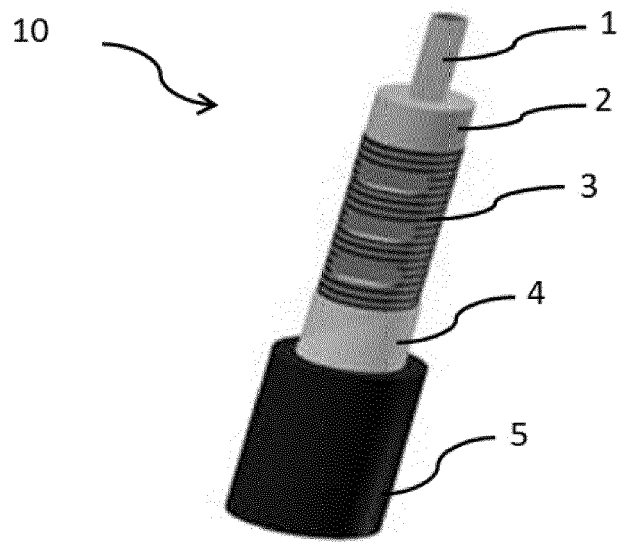


FIG. 1

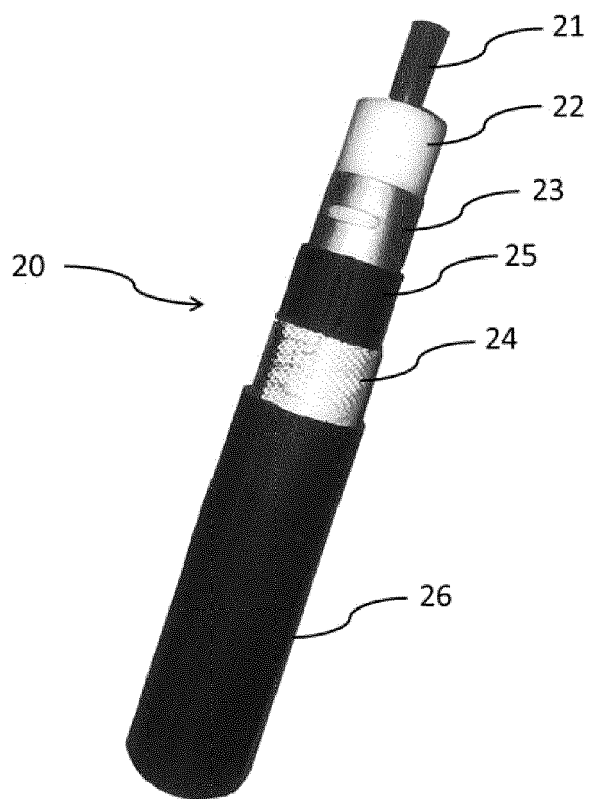


FIG. 2



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 19 20 3499

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	US 2017/345528 A1 (GYPPAZ FRANCK [FR] ET AL) 30 novembre 2017 (2017-11-30) * alinéas [0013], [0015] - [0019], [0028], [0029], [0031], [0034] - [0036], [0043], [0044], [0052] * * alinéas [0065] - [0072], [0085] - [0087], [0096], [0116]; revendications 1,17,21,22 *	1,11,15	INV. H01B7/295
A,D	EP 0 308 111 A1 (ANDREW CORP [US]) 22 mars 1989 (1989-03-22) * colonne 5, lignes 17-42; figure * *	1-15	
X	FR 3 049 948 A1 (NEXANS [FR]) 13 octobre 2017 (2017-10-13)	1	
A	* page 1, lignes 10-32; revendication *; figure 2; exemple * *	2-15	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
			H01B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
La Haye		10 février 2020	Vanier, Cécile
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 19 20 3499

5 La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.
10-02-2020

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EPO FORM P0460

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2017345528 A1	30-11-2017	CA 2969947 A1	16-06-2016
		CN 107112070 A	29-08-2017
		CN 110590254 A	20-12-2019
		EP 3230231 A1	18-10-2017
		FR 3030100 A1	17-06-2016
		KR 20170095937 A	23-08-2017
		US 2017345528 A1	30-11-2017
		WO 2016092200 A1	16-06-2016

EP 0308111 A1	22-03-1989	AU 2200188 A	16-03-1989
		CA 1308178 C	29-09-1992
		DE 3888765 D1	05-05-1994
		DE 3888765 T2	27-10-1994
		EP 0308111 A1	22-03-1989
		JP 3010049 B2	14-02-2000
		JP H01100807 A	19-04-1989
		US 4800351 A	24-01-1989

FR 3049948 A1	13-10-2017	CN 108883987 A	23-11-2018
		EP 3440032 A1	13-02-2019
		FR 3049948 A1	13-10-2017
		KR 20180127492 A	28-11-2018
		US 2019112230 A1	18-04-2019
		WO 2017174941 A1	12-10-2017

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- EP 0308111 A1 [0009]