République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Dr.Yahia Farès - Médéa

Faculté de Technologie



Département de Génie des Procédés et Environnement

Mémoire de fin D'étude

Pour l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés Pharmaceutiques

Option Génie des procédés Pharmaceutiques

Thème

Etude expérimentale et modélisation numérique du procédé du séchage d'une poudre pharmacologique par microonde

Proposé et dirigé par :

Mr. HENTABLI Mohamed

Dr. BELHADJ Abd-Elmouneïm

Réalisé par :

Melle BOUAOUD Khadidja

Melle ABDENNEBI Maroua

2020 - 2021

Remerciements

Par dessus tout , nous remercions **“Allah”** tout puissant de nous avoir donnée le courage, la puissance , et la volonté pour termine ce travail.

Ce travail a été réalisé sous la direction de Monsieur “Belhadj Abdel Almonaim “ *docteur à l’Université de Yahia Farés de Médéa, qu’il trouve ainsi l’expression de notre profonde reconnaissance pour ses compétences, ses encouragements et ses précieux conseils durant le déroulement de ce travail qui ont éclairé mon chemin vers la réussite de la concrétisation de mon mémoire.*

Nous remerciment Monsieur “Mohamed Hantabli “ pour les informations avec les quels il a nous a soutenus , pour capatience et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.

Nos remerciements vont aussi au Mme FERGANI.Z et au Mme KERMET SAID.H, pour avoir accepté de juger ce travail.

Dédicaces

A mes chèrs parents

Peu importe ce que je fais ou dis, je ne pourrai jamais vous rendre la pareille ou vous remercier comme il se doit.Vous avez toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager, merci de m'avoir chouchouté et de m'avoir donné tout ce que je souhaitais. Que Dieu vous accorde la santé, les bonheur et longue vie, que ce travail soit pour vous une source de fierté et de satisfaction.

A mes chèrs frères **Ahmed** ,**Yassine** et le petit, **Saif ElddiNE**, les anges gardiens et mes fidèles compagnons dans les moments les plus sensibles de cette vie .Je vous dédie ce travail avec mes meilleurs vœux de bonheur, de santé et de réussite.

khadidja

Dédicaces

A mes très chers parents pour leur amour, leur patience et leur énorme soutient.

A mon mari **Samir** qui me donne toujours l'énergie d'avancer dans la bonne direction.

A mes frères et sœurs : **Mohamed**, **Islem**, **Hadjar**, **wassila**,**Imen**,et le petit bébé **chihab**.

A mes tantes et mes oncles pour leur soutien et encouragement.

A toutes la famille Abdennebi et boucetta et les cousins et les cousines.

A mes très chères amies **wissem** ,**Fatiha** ,**Amel Rabab**, **Amina**, **Zola**, **Salsabil**, **Merième** et ma binôme **Khadidja** et sa famille.

A toute la promo de génie des procédés pharmaceutiques 2021

A tous ceux qui ont contribués de prés ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

Maroua.

ملخص:

الهدف من هذا العمل هو الدراسة التجريبية ونمذجة حركية التجفيف للمسحوق الصيدلاني تيربينافين هيدروكلوريد. يتم إجراء هذه التجربة في ميكروويف بمستويات طاقة مختلفة (200.300.400.500.600.700.800.900 واط) وسماكة (3.5.8 مم) ومحتوى الماء الأولي عند 30٪. تم إجراء الجزء التجريبي في قاعة التكنولوجيا بمختبر الكيمياء 01 بجامعة يحيى فارس بالمدينة.

تنقسم هذه الدراسة إلى مساهمتين:

في الأولى، دراسة تجريبية لتأثير بعض معاملات التشغيل {الطاقة، السماكة} على زمن التجفيف. تعتمد هذه النمذجة على استخدام طريقة تصميم التجارب (بواسطة برنامج MODDE) .ووجدت النتائج أن النموذج قدم قدرة جيدة للتنبؤ بوقت التجفيف بدقة جيدة جدًا لمعامل التحديد R^2 يساوي 0.

في المساهمة الثانية، تم نمذجة 27 من حركيات التجفيف التي تم الحصول عليها في الجزء الأول باستخدام قانون fick الثاني، تم عمل نمذجة آلية للدعم لتسهيل استخدام البيانات التجريبية، واظهرت نتائج أن نموذج SVM لديه قدرة تنبؤية عالية .

الكلمات المفتاحية: ميكروويف، تيربينافين هيدروكلوريد،الة حمل الناقلات،اليعسوب.

Résumé

L'objectif de ce travail est l'étude expérimentale et la modélisation de la cinétique de séchage du chlorhydrate de terbinafine en poudre pharmaceutique. Cette expérience est réalisée dans un micro-onde avec différents niveaux de puissance (200.300.400.500.600.700.800.900 W), d'épaisseur (3,5,8 mm) et de teneur en eau initiale à 30%. La partie expérimentale a été menée la salle technologique du laboratoire de chimie 01 de l'université Yahya Fares à Médéa .

Cette étude se divise en deux contribution

Dans la première, une étude empirique de l'effet de certains paramètres opératoires (énergie, épaisseur) sur le temps de séchage. Cette modélisation est basée sur l'utilisation de la méthode de conception expérimentale (par programme MODDE) Les résultats ont montré que le modèle offrait une bonne capacité à prédire le temps de séchage avec une très bonne précision pour un coefficient de détermination R^2 égal à 0.

Dans la deuxième contribution, 27 des cinétiques de séchage obtenues dans la première partie ont été modélisées en utilisant la deuxième loi de fick, une modélisation automatisée des supports a été réalisée pour faciliter l'utilisation des données expérimentales, et les résultats ont montré que le modèle SVM a un pouvoir prédictif élevé**.**

Mots Clés : Microonde, chlorhydrate de Terbinafine, machine à vecteur de support, libellule.

Abstract

Résumé

The objective of this work is the experimental study and the modeling of the drying kinetics of terbinafine hydrochloride in pharmaceutical powder. This experiment iscarried out in a microwave with differentpower levels (200.300.400.500.600.700.800.900 W), thickness (3.5.8 mm) and initial water content at 30%. The experimental part was carried out in the technological room of the chemistry laboratory 01 of Yahya Fares University in Médéa

This study is divided into two contribution :

In the first, an empirical study of the effect of certain operating parameters (energy thickness) on the drying time. This modeling is based on the use of the experimental design method (by MODDE program) The results showed that the model offered a good ability to predict the drying time with very good precision for a coefficient of determination R^2 equal to 0.

In the second contribution, 27 of the drying kinetics obtained in the first part were modeled using the second law of fick, an automated modeling of the supports was carried out to facilitate the use of the experimental data, and the results showed that the SVM model has high predictive power.

Keywords: Microwave, Terbinafine hydrochloride, SVM, dragonfly

Liste des figures

Liste des tableaux

Introductiongénérale……..…..……1

I. Etudes bibliographique

I.1Introduction……..…….……..…….…….....…….3
I.2 Technologiede séchage……...…..……..…..……...3
I.2.1Séchage……..…….....…….3
I.2.1.1Définitionsde séchage…….…….……...……...……...…...…...3
I.2.1.2 Objectif de séchage…….……...…….……....…….……3
I.2.1.3 Principe de séchage…….…….……...…...……..……...……4
I.2.1.4 Domain d'utilisation…….…….....……....…….…..…4
I.2.1.5 Types du séchage……..……..…….……..…….....……...5
I.2.1.6 Intérêt du séchage……...……..…..…..5
I.2.2 les grandeurs Caractéristiques de l'air de séchage…….....….……5
I.2.2.1 Humidité……..….....…..……5
I.2.2.2 Humidité absolue……..…...…...……..…...…5
I.2.2.3 Humidité relative……....…….…….....…..……...6
I.2.2.4 Degré de saturation…….…….……...…….....……6
I.2.2.5 Taux d'humidité……..……..….....…….6
I.2.2.6 Taux d'humidité à l'équilibre…….…….....….6
I.2.2.7 États de siccité…….…….....……6
I.2.2.8 Température caractéristique de l'air humide……..…….……...…6
I.2.2.9 Température sèche……..…….……....…….6
I.2.2.10 Température humide du gaz……...…….…....….7
I.2.3 les caractéristiques de l'eau et de solides humides.....7
I.2.3.1 l'eau dans un matériau……..……..…….……...…..7
I.2.3.2 La teneur en eau……..……..……..……..……..…...8
I.2.4 L'activité de l'eau…….……..…….……..……...…...8
I.2.5 Transfert d'eau en séchage…….…..…….……..…..…8
I.2.6 Hygroscopicité……...…….…….……..……..9
I.2.7 lyophilisation…….……..…….....…..…10
I.3 Caractérisation de séchage…….……..……..10

I.3.1 Isothermes de sorption……..……...……..…….....…...10

I.3.2 Mécanismes intervenants au cours du séchage……...…….....…….…....10

I.3.2.1 Transfert de chaleur……..……...……...…….…….…..…11

I.3.2.2 Transfert de matière…….…….……...…..….....……11

I.3.3Description physique du séchage…….…….…....…….....…….……11

I.4 Modes de séchage…….…….....……...….....…..…….…...12

I.4.1 Généralités sur le séchage par micro-onde…….....……..…..…....….13

I.4.1.1 séchage par micro-onde…….…..…..….....13

I.4.1.2 Composition de l'appareil à micro-ondes…….…….....…..…..……14

I.4.1.3 Mécanisme de chauffage par micro-ondes……..……..…..…….……..14

I.4.1.4Paramètresaffectant l'absorption des micro-ondes…….…..…..……...15

I.4.1.5 Technologies de séchage combinées aux micro-onde….....….....…….....15

I.5 Choix du procédé de séchage……....…….…….....…...16

I.6 Granulation…….....……....……..….....16

I.6.1 Définition et objectifs……..……..……...……..……..…16

I.6.2 Intérêt de la granulation……...…...…….……...….16

I.6.3 Les mécanismes de formation des granulations…….....…….…….....…..17

I.6.3.1 Mécanismes de liaison pour l'agglomération……...…...…...……..…..17

I.6.3.2 Mécanismes de liaison en granulation humide……..…….…..…..….18

I.6.3.3 Les mécanismes de croissance des granulations…….……..…….…..19

I.6.4 Différentes méthodes de granulation…….…..……..…..…....20

I.6.4.1 Granulation par voie sèche……...……..……..…..….20

I.6.4.2 Granulation par voie humide ……..…...……...……...….20

I.6.4.2.1 Définition…….…….....…....…....…….20

I.6.4.2.2.Mise en œuvre de la granulation humide…..…..…….....…….....21

I.6.4.2.3 Principe…….…….……...…....21

I.6.4.2.4 Etapes de granulation humide……....…….…..…….…..21

I.7 Vitesse de séchage……..……...…..……..…….…….22

I.7.1 Courbes de Séchage…….……..…….…….....….……23

I.7.2Cinétique du séchage…….....…..…….....…..…23

I.7.2.1Les paramètres de l'aire influents sur la cinétique de séchage…....…..23

I.7.2.2Les facteurs qui augmentent la cinétique……...…...…….…….....….24

I.8 Conclusion ……...…….....……25

II.Machines à vecteur support

II.1 Introduction……27

II.2 Apprentissage statistique……27

II.3 SVM binaires……28

II.3.1 SVM à marge dure……29

II.3.2 SVM à marge souple……32

II.4 SVM principe de fonctionnement générale……33

II.5 Linéarité et non-linéarité……34

II.6 SVM pour la régression……35

II.6.1 Utilisation des noyaux……36

II.6.2 Les noyaux……37

II.7 Implémentation des SVMs……38

II.7.1 Optimisation séquentielle minimale……39

II.8 Tuning de modèle……40
II.8.1 Taux de reconnaissance……40
II.8.2 Matrice de confusion……41
II.9 Évaluation du modèle……42
II.9.1 Réglage du *C* « chemin de régularisation » ……43
II.9.2 Méthode HoldOut……44
II.9.3 Validation croisée (cross validation) ……45
II.10 Conclusion ……45

III. partie expérimentale

III. Exposition du ertipahc……47
Contribution A……48
III.A.1 Introduction……48
III.A.2 Application de la méthode de plan d'expérience……48
III.A.2.1 Définition des objectifs et des réponses……48
III.A.2.1.1 Définition de l'objectif de l'étude……49
III.A.2.1.2 Définition de la/les réponse(s) caractérisant l'objectif.……49
III.A.2.2Choixd'une stratégie expérimentale……49
IIII.A.2.3 Définition des facteurs……49
III.A.2.4 Définition du domaine expérimentale……49
III.A.2.5 Expérimentation……50
III.A.2.5.1 Séchage par Microonde……50
III.A.2.5.1.1Pourquoilesmicro-ondeschauffe telles?.....50
III.A.2.5.1.2Lefour à microonde……50
III.A.2.5.1.3Principe du chauffage par Mo……50
III.A.2.5.1.4 Evolution d'un produit au cours d'un séchage aux MO.....51

III.A.2.5.1.5 Les principaux avantages de la technique du séchage ParMo……..51
III.A.2.5.2MatérielUtilisé…….…….....…51
III.A.2.5.3Produitutilisé……..…….....…...52
III.A.2.5.3.1Inicationetutilisation chimique de Terbinafine HCL….....….52
III.A.2.5.3.2Description de la molécule…….…….....52
III.A.2.5.3.3 Propriétés physico-chimiques……...……...…….....52
III.A.2.5.3.4 Classe pharmaco thérapeutique…….…….....…...…….53
III.A.2.5.4Expérimentale protocole……..…..…..……..…….....53

III.A.2.6 Cinétiques de séchage……...…….…….…..…53

III.A.2.7 Analyse globale des résultats d'essais…….....….....…...…54
III.A.2.8 Analyse statistique du modèle…….……..……...…..…...56
III.A.2.8.1 Analyse statistique globale des modèles…….…..…….…...56

III.A.2.8.2 Analyse statistiques des coefficients du modèle…..…….....…..57
III.A.2.9 Analyse graphique du modèle……...……...……..…….…...57
III.A.2.9.1 Courbe de criblage……...…….……...…57
III.A.2.9.2 Résumé de l'ajustement (Les statistiques sommaires)…...…..58
III.A.2.9.3 Représentation graphique des surfaces de réponses…...…..…58
III.A.2.9.4 Représentation graphique de l'effet des facteurs.....…59
III.A.2.9.5 Courbes iso-réponse…….…….……...…60

III.A.3 Calcules les coefficients de diffusion effective (Deff)….....…….61
III.A.3.1 Teneur en eau réduite……..…..…….…....…62
III.A.3.2 La théorie diffusionnelle…….….....…..….63
Contribution B…….……...…..…….…..….66
III.B.1 Conception de la topologie de SVM…….…….…..…...66

III.B.2Analyse de base de données expérimentale……..……...66

III.B.3 Normalisation de la base de données…….....…….……..…70

III.B.4 Mise en forme des données……..…....…….....70

III.B.5 Optimisation de SVMR……..……..70

III.B.6 Interprétation des résultats de modélisation par SVM……..……70

III.B.6.1 Résultats avec noyau linéaire…….…….….....…...71
III.B.6.2 Résultats avec noyau Polynomial…….….....….....…71

III.B.6.3 Résultats avec Gaussien RBF…….….....…….…72
III.B.7 Conclusion……..……...……..…74

Conclusion Général. ……..……....….....…….76

Référence bibliographique

Liste des figures

Chapitre I

FigureI.1 Les Phases de séchage…….…….....4
Figure I.2 Répartition de L'eau dans le matériau…….....…....7
Figure I.3 Représentation de l'activité d'eau…….....8
Figure I.4 Représentation schématique d'un solide humide……,……...……9
Figure I.5 : Les isothermes d'adsorption / désorption…….……..……..10
Figure I.6.a Courbe de séchage ns= f(t) ….……..…….…..……..…...12
Figure I.6.b Courbe de séchage dns/dt= f(t)……...…..…....…..12
Figure I.7 schéma d'un four à micro-onde ……..…….....….14
Figure I.8 Etats de la granulation humide…….……..…….....….18
Figure I.9 granulateur oscillant FREWITT…….……..…...…….....22
Figure I.10 photographie d'un granulateur rotatif classique fabriqué par Colton…...22
.**Figure I.11.a** Vitesse de séchage -dM/dt=f(t) …….……....23
FigureI.11.b VitessedeséchagedM/dt=f(M)…….……..…..…23

Chapitre II

Figure II.1 SVM binaire ….....29
Figure II.2 SVM binaire à marge souple …….……..……33
Figure II.3 Exemple d'un hyperplan séparateur……..……...….33
Figure II.4 Exemple de marge maximal (hyperplan valide)……..…..……..…..34
Figure II.4.a Cas linéairement séparable……..…...……...….35
Figure II.4.b Cas non linéairement séparable…….....……..…..35
Figure II.5 Hyper-tube modélisant la fonction de régression……..…….…….35
Figure II.6.Utilisation des noyaux pour la résolution de la régression non linéaire..…37

Chapitre III

Figure III.A.1 La structure chimique de Terbinafine HCl…….51
Figure III.A.2L'influence de l'épaisseur sur le séchage par microonde…….……..53
Figure III.A.3 résultats de puissance sur le temps de séchage……...…53
Figure III.A.4 Corrélation entre les valeurs prédites et de l'expérience……...57
Figure III.A.5 Résumé de l'ajustement de MODDE®…….……...….57

Liste des figures

Figure III.A.6 Surface de réponse T et P en fonction de temps à 15% X0 et 1.....58
Figure III.A.7 Effets des facteurs sur les réponses……..……..…58
Figure III.A.8 Courbes iso-réponse……..……...….59
Figure III.A.9 Organigramme de l'algorithme d'optimisation utilisé
dans ce travail.……...…...62
Figure III.A.10 Comparaison entre les coefficients de diffusion
effective en fonction de puissance et l'épaisseur……..……..…... ...63
Figure III.B.1 : Méthodologie de modélisation par SVM……..…….....…64
Figure III.B.2 Cinétiques de séchage à 900w et à différentes épaisseurs…….....64
Figure III.B.3 La cinétique de séchage à 800 W et différentes épaisseurs...……..65
Figure III.B.4 La cinétique de séchage à 700W et différentes épaisseurs…....….65
Figure III.B.5 La cinétique de séchage à 600W et différentes épaisseurs…..…....65
Figure III.B.6 La cinétique de séchage à 500W et différentes épaisseurs….....66
Figure III.B.7 La cinétique de séchage à 400W et différentes épaisseurs…..…….66
Figure III.B.8 La cinétique de séchage à 300W et différentes épaisseurs…..…....66
Figure III.B.9 La cinétique de séchage à 200W et différentes épaisseurs…….....67
Figure III.B.10 Distribution des interactions binaires des facteurs……...….....67
Figure III.B.11. Régression linéaire entre la MR expérimentale et MR
calculée par le model SVM utilisant la fonction de noyau linéaire……..……..….69
Figure III.B.12: Régression linéaire entre la MR expérimentale et MR
calculée par le model SVM utilisant la fonction de noyau polynomiale……70
Figure III.B.13. Régression linéaire entre la qe expérimentale et la qe
calculée par le SVM avec fonction de noyau Gaussien…….....71
Figure III.B.14 Comparaison entre les trois fonctions de noyaux……..…..…….72
Figure III.B.15interface graphique……..……..….72

Liste des tableaux

Chapitre II

Tableau II.1 Exemples de noyaux……..……38

Tableau II.2 Matrice de confusion pour la classification binaire……41

Chapitre III

Tableau III.A.1 La nature des différents Facteurs…….…….48

Tableau III.A.2 Domaine des facteurs étudiés……...…..….49

Tableau III.A.3 Les propriétés physico-chimiques de Terbinafine……..…52

Tableau III.A.4: Résultats d'essais……..…..…...…..…..54

Tableau III.A.5 Les résultats de modèle Empirique……..……..……54

Tableau III.A.6 Résultat statistique de modèle…….…...…..……55

Tableau III.A.7 La liste de sommaire statistique……...……....55

Tableau III.A.8 Coefficients de modèles…….…...…….…….…..56

Tableau III.A.9 Résultats de calcule des coefficients de diffusion……..…..…..….62

Tableau III.B.1 : Paramètres statistiques des paramètres d'entrée et de sortie...67

Tableau III.B.2 Les paramètres du modèle…….…..…...69

Tableau III.B.3 : Les paramètres du modèle…….…….....…70

Tableau III.B.4 : Les paramètres du modèle SVM avec fonction de noyau ….…..71

Introduction générale

Introduction générale :

Granulation est un procédé d'agglomération de particules de poudres cristallisées ou amorphes, visant à former des agglomérats dont la taille est plus importante que la taille des particules initiales. Les particules y sont liées par des liaisons intermoléculaires diverses : force de Van Der Walls, liaison hydrogène. Ces agglomérats peuvent, ce former soit par granulation sèche ou par granulation humide, cette dernière est très utile dans le domaine pharmaceutique.

Toute technique de granulation humide repose sur la mise en mouvement et l'agitation des particules, suivies de l'introduction du liquide liant. Ainsi, les principaux appareils utilisés dans ce domaine sont, à l'origine, des dispositifs de mélange des poudres. Bien qu'en principe, toutes les techniques d'agitation puissent être utilisées pour la granulation humide, certaines d'entre elles se sont répandues davantage que d'autres. Ces techniques se différencient principalement par le mode de mise en contact des particules.

Deux types de systèmes fermés seront envisagés pour la granulation humide à proprement dite: les lits fluidisés ou les mélangeurs à taux de cisaillement élevé.

Ce document présente, dans une première partie, une étude bibliographique se décomposant en plusieurs parties. La première partie sera consacrée aux généralités sur le séchage et sur la forme étudiée: poudre pharmacologique. Par la suite, la synthèse sera orientée ensuite sur une partie plus pratique concernant la granulation et ce méthode et technique. La troisième partie s'intéressera, son importance et les paramètres qui peuvent l'influencer.

La partie expérimentale de ce travail sera ensuite présentée : après un bref descriptif des matériels et méthodes utilisés, les étapes relatives à la formation du grain dans le procédé de séchage sera détaillée. Les résultats obtenus seront ensuite traités dans le but de mettre en étudier expérimentalement les cinétiques de séchage par microonde d'un produit pharmaceutiques sous l'effet de quelques paramètres opératoires . Enfin, une comparaison entre la modélisation physique et empirique sera faite dont le but de sélectionner le modèle le plus performant avec ses paramètres en basant sur des paramètres statistiques.

chapiter I
Étude bibliographiques

I.1Introduction

Dans le processus de traitement des solides, l'opération de séchage est très importante,par rapport à toutes les opérations unitaires impliquées, bien que le séchage soit généralement la dernière étape du processus industriel, il est souvent appliqué à des matériaux à grande et à grande échelle, tels que la poudre.

I.2 Technologie de séchage

I.2.1 Séchage

I.2.1.1 Définitions de séchage

- **Approche physique**

Le séchage est une opération unitaire ayant pour but d'éliminer l'eau d'un corps humide par évaporation de celle-ci. Ce corps peut être solide ou liquide mais le produit final est solide.

- **Approche pharmaceutique** :

Après l'étape de granulation humide, le séchage joue principalement un rôle dans la production de comprimés ou de granulés. Dans ce cas, l'opération vise à éliminer le solvant (le plus courant est d'éliminer l'eau ou l'éthanol jusqu'à ce que l'humidité résiduelle soit atteinte), ce qui convient à la suite du procédé (conditions de compression). Les excipients sont atomisés pour préparer un extrait en poudre.

I.2.1.2 Objectif de séchage

L'utilisation de séchage a de nombreuses utilisations :

• Pour des raisons chimiques ou physiques, le liquide résiduel est incompatible avec l'utilisation ultérieure du produit.

• La conservation des produits humides est mauvaise, qu'ils aient subi une dégradation chimique (comme l'hydrolyse de molécules solides) ou que son aspect physique ait changé (comme l'agglomération de poudre).

•Le coût de manutention des produits humides est freiné par la présence de liquide résiduel, même si celui-ci n'affecte pas l'application (ex. frais de transport).

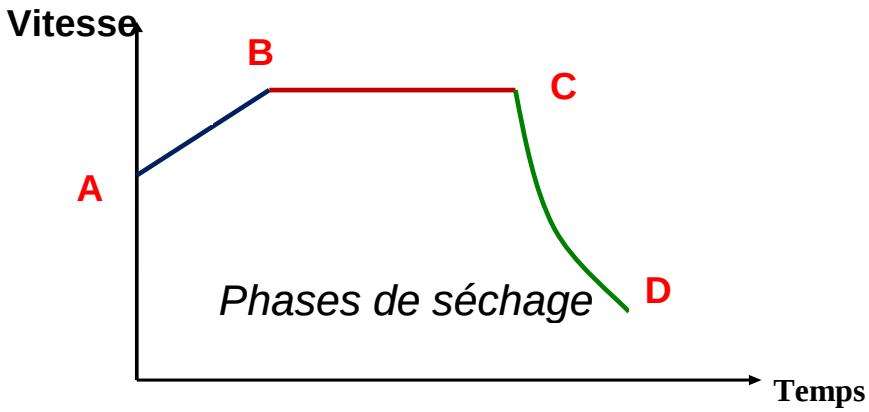
Le séchage, outre son objectif principal d'élimination des liquides, peut également entraîner des modifications de la forme des solides, ce qui est très intéressant pour une utilisation future.

I.2.1.3 Principe de séchage

Le séchage représente l'évaporation du solvant présent dans un grain ou une poudre en fonction du temps, suite à un apport de chaleur, le solvant est évaporé au niveau de la surface du grain, puis il y a mi asgration du solvant par capillarité de l'intérieur vers l'extérieur du grain ou de la poudre, en remplacement de celle éliminée en surface. Lorsqu'on dessèche, le taux d'humidité diminue et on tend vers une limite qui représente l'équilibre de l'humidité de la substance avec celle de l'atmosphère.

Le séchage se déroule en trois phases (FigureI.1)

- **Phase AB** : correspond à la phase de montée de la température de l'air à l'intérieur de l'enceinte de séchage.
- **Phase BC** : correspond à une période d'évaporation constante où la vitesse de migration du solvant est égale à celle de son évaporation.
- **Phase CD** : correspond à la phase où la vitesse de séchage décroit et s'annule lorsque l'humidité à l'équilibre du produit est atteinte.



FigureI.1 Les Phases de séchage.

I.2.1.4 Domaine d'utilisation

- L'industrie alimentaire (pâtes alimentaires, certains produits en poudre. Caco, lait, etc.).
- Industrie du papier.
- Industrie du bois.

- Bouchons en liège.
- Les matériaux de construction (briques, tuiles, etc.).
- L'industrie céramique (assiettes, bols, assiettes, etc.).
- Les industries biotechnologiques et pharmaceutiques (séchage de levure en poudre, antibiotiques, poudres de principes actifs avant granulation…).

I.2.1.5Types du séchage

- **Séchage mécanique:**C'est l'élimination du liquide par des forces purement mécaniques (pressage, centrifugation).
- **Séchage chimique:**Ceci est basé sur le processus d'utilisation de produits déshydratés (osmotiques) (chlorures) Calcium, ...) Extraire l'eau.
- **Séchage thermique:**Cette opération est essentiellement un transfert de masse, tout d'abord "Activer" l'eau grâce à un certain degré de transfert d'énergie Chauffer.

I.2.1.6 Intérêt du séchage,(A. Charreau et R.Cavaillé)

Le séchage a pour intérêt **:**

- D'alléger le produite.
- De permettre (ou de faciliter) surtout sa conservation par diminution del'activité de l'eau**.**

Mais en revanche :

- Il modifie le produit dans sa forme, sa texture, ses qualités, ce qui est souvent considéré comme un inconvénient.
- Il est coûteux, notamment en énergie. Il est utile alors de connaître tout ce qui peut influencer, le séchage et en particulier la vitesse de séchage afin de diminuer le coût de cette opération.

I.2.2 les grandeurs Caractéristiques de l'air de séchage

I.2.2.1 Humidité

Ce terme désigne le liquide contenu dans le corps solide, liquide ou pâteux, et devant être éliminé au cours du séchage, (**Cavaillé and Charreau, 199**5).

I.2.2.2 Humidité absolue

On appelle humidité absolue ou spécifique, ou teneur en Humidité, ou plus simplement humidité d'un gaz, la masse d'humidité mélangée à un kilogramme de gaz sec, cette humidité que nous désignerons par Ha est donnée par la relation,**(KHENBLOUCH,2014)** :

$$Ma = \frac{Ha}{Me}$$ Eq I.1

I.2.2.3 Humidité relative

La vapeur d'eau se présente dans l'air sous forme de vapeur si P1≤P_T_ , on définit alors l'humidité relative ou degré hygrométrique **Hr** de l'air par la relation(**D.Mennouch,2006)(W. Belachi,2009)**

$$\frac{PV}{PS(T)}.100$$ Eq I.2

I.2.2.4 Degré de saturation :

Le degré de saturation est le rapport de l'humidité spécifique de l'air à l'humidité spécifique de l'air saturé à la même température,**(S.CHOUICHA,2010).**

I.2.2.5 Taux d'humidité :

C'est la masse de liquide contenue par unité de masse' il soit fait très souvent référence à la matière humide, il est préférable d'exprimer le taux d'humidité par rapport à la matière anhydre.

I.2.2.6 Taux d'humidité à l'équilibre :

Un corps humide, placé dans une enceinte de volume important où l'humidité relative et la température sont constantes, voit son taux d'humidité se stabiliser à une valeur dite d'équilibre qui dépend de la nature de l'humidité et de celle du produit qui en est imprégné, mais aussi de la pression partielle et de la température,**(Ben cheikch, Ould Sidimed et Y.Draoui 2011).**

$$X_{eq} = \frac{M_h - M_s}{M_s}$$ Eq I.3.

I.2.2.7 États de siccité

- Un corps anhydre est un corps dont le taux d'humidité est nul.
- Un corps sec ou séché correspond plus généralement au produit tel qu'il est obtenu à la sortie du sécheur.

I.2.2.8 Température caractéristique de l'air humide :

- La température humide Th.
- Température du bulbe sec TS.
- La température de rosée Tr.
- Température de saturation adiabatique TGs.

I.2.2.9Température sèche

On nomme température sèche d'un gaz la température indiquée par une sonde de température placée dans le courant gazeux. Il s'agit de la température d'un gaz au sens Courant,**(McCabe,J.C.Smith &.Harriott ration,1995)**.

I.2.2.10 Température humide du gaz

On nomme température humide (ou température de bulbe humide) la température donnée par une sonde enrobée d'une mèche placée dans le courant gazeux et humidifiée en permanence par de l'eau pure. Il faut retenir que la température humide est la température prise par un solide humide durant la phase à vitesse constante d'un séchage par entraînement,**(McCabe,J.C.Smith &.Harriott ration,1995)**

I.2.3 les caractéristiques de l'eau et de solides humides

I.2.3.1l'eau dans un matériau

L'eau titrable dans un matériau existe sous trois états(Figure I.2) .La plupart de l'eau contenue dans le matériau existe sous forme **d'eau libre,** dans l'espace disponible existant. À l'intérieur de la structure emprisonnée en dessous La forme liquide produite par la force capillaire, l'eau libre maximale est Elle est directement liée à la porosité du milieu.

Eau liée: en raison de la présence d'eau, elle est adsorbée sur la surface intérieure et les murs du bâtiment L'hydrophilie de ses ingrédients.

Vapeur d'eau: elle occupe et se mélange à l'air sec, il n'y a pas d'espace vide Rempli d'eau ingrédient -Vapeur d'eau : elle occupe et se mélange à l'air sec, il n'y a pasd'espace vide Rempli d'eau liquide.

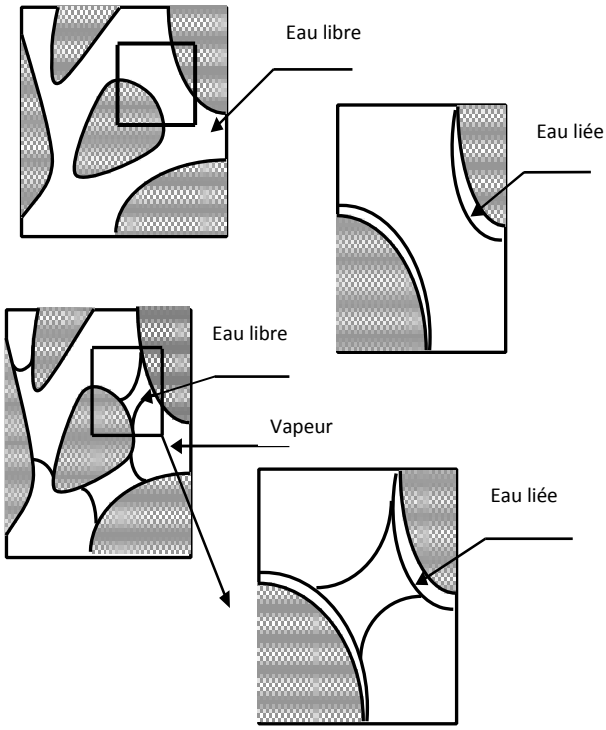


Figure I.2 Répartition de L'eau dans le matériau.

I.2.3.2La teneur en eau :

La teneur en eau X est définie comme le rapport entre la masse d'eau m_e et la masse de solide sec m_s à laquelle elle est associée :

$$\boldsymbol{X = \frac{m_e}{m_s}} \qquad \text{Eq I. 4}$$

Avec X : la teneur en eau (%), m_e : la masse d'eau(g) et m_s : la masse sèche

I.2.4L'activité de l'eau:

•**Activité de l'eau** :

L'activité de l'eau dans le corps humide "Aw" est définie par le rapport de la pression (Pvp) (pression de vapeur à la surface du produit) à la pression (Psat) (vapeur saturée à la température de surface du produit)). Si le corps et l'air environnant sont dans un état d'équilibre absorbant l'humidité (lorsqu'il n'y a plus d'échange d'eau entre eux), il en résulte que la pression (Pvp) est égale à la pression de vapeur partielle (Pv) dans l'air, et l'activité de l'eau de l'eau est égale au produit L'humidité relative est la même que celle de l'air (Aw = φ). Pour le séchage, l'humidité relative de l'air doit être inférieure à l'activité de l'eau du produit (φ <Aw), de sorte que la pression de vapeur à la surface du produit ou une partie de la pression de vapeur dans l'air (Pvp>

Pv). Si le produit est en équilibre d'humidité avec l'air ambiant, l'activité de l'eau (Aw) est égale à l'humidité relative d'équilibre (Aw = HRE). Il est défini comme suit :

$$A_w = \frac{P_{VP}}{P_{VS}} = \frac{HR(\%)}{100} \qquad \text{Eq I .5}$$

- **Activité de l'eau dans un produit**

L'activité de l'eau est le rapport entre la pression de vapeur d'eau à la surface du produit et la pression de la vapeur d'eau sur la surface plane d'un liquide à la même température.



Figure I.3 Représentation de l'activité d'eau.

Considérons maintenant un produit et un air en équilibre l'un avec l'autre, Pv, T, Pva et Ta étant respectivement les pressions de vapeur d'eau et les températures du produit et de l'air.

I.2.5 Transfert d'eau en séchage

Les corps à sécher sont constitués par une matrice continue, éventuellement interrompue localement, dans le cas d'un solide, par des pores pouvant déboucher à la surface de celui-ci. L'humidité peut se localiser aussi bien à la surface externe du produit que dans les pores ou au sein même de la matière (figure I.4),**(Charreau A.,Cavaille R.1991**).

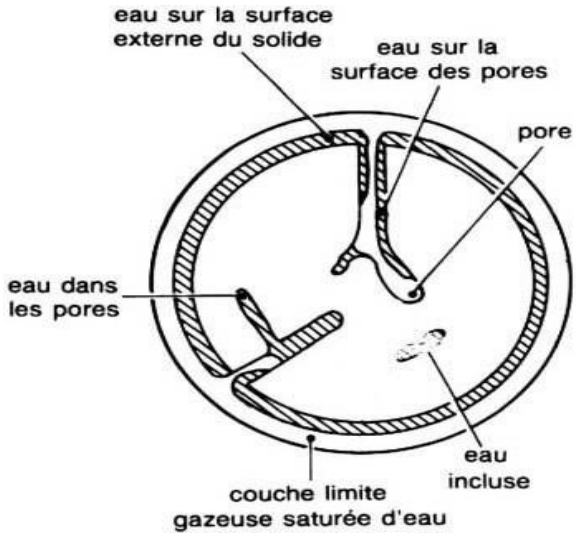


Figure I.4 Représentation schématique d'un solide humide.

Séchage peut être décrit comme le transfert d'eau et de chaleur dans un matériau poreux insaturé. Dans les produits biologiques, le transfert d'eau interne est généralement un phénomène limitant. La taille des trous dans le produit et la distribution du rayon des trous affecteront l'hygroscopicité du produit (plus le trou est petit, plus l'hygroscopicité est grande). La vaporisation de l'eau nécessite un apport d'énergie provenant d'une source externe dans le produit à sécher, ce qui entraîne la migration de l'eau dans l'environnement environnant. La vitesse de ce transfert de matière varie avec le temps. Cela dépend des conditions environnementales (température, humidité relative, vitesse du gaz en contact avec le produit), ainsi que de la nature du solide et de l'eau.

I.2.6 Hygroscopicité (McCabe, Smith et al. 1956) :

Après égouttage, la présence d'humidité dans un solide, se manifeste par une certaine tension de vapeur Pm qui est fonction de la nature du liquide, de celle du solide et de la température. La valeur de cette tension de vapeur permet de distinguer deux grandes catégories de solides. Lorsque le liquide adhère à la surface externe d'un solide, il est retenu par des forces superficielles peu intenses : la tension de vapeur Pm du liquide n'est alors fonction que de la température et elle est égale à la tension maximale de la vapeur du liquide à température considérée.

I.2.7 lyophilisation

La lyophilisation est un procédé largement utilisé pour le séchage et l'amélioration de la stabilité du produit). Une température de fonctionnement anaérobie et basse peut empêcher la dénaturation des protéines, les changements chimiques et le rancissement causés par l'oxydation.

I.3 Caractérisation de séchage

I.3.1 Isothermes de sorption

Les isothermes de sorption sont des outils thermodynamiques qui permettent de déterminer les interactions de l'eau avec les molécules alimentaires. L’activité de l’eau (aw) et la teneur en eau, à température constante, est décrite pratiquement et théoriquement par l’isotherme de sorption de la vapeur d’eau. La courbe (Figure I.5)représentant pour une température donnée la teneur en eau

X d'un produit en fonction de la valeur de l'activité de l'eau aw ou de l'humidité relative de l'air en équilibre HRE est appelée :

- Isotherme d'adsorption si elle a été déterminée expérimentalement en partant d'un produit sec;
- Isotherme de désorption si elle a été déterminée expérimentalement en partant d'un produit saturé en eau.(Jannot, 2008)

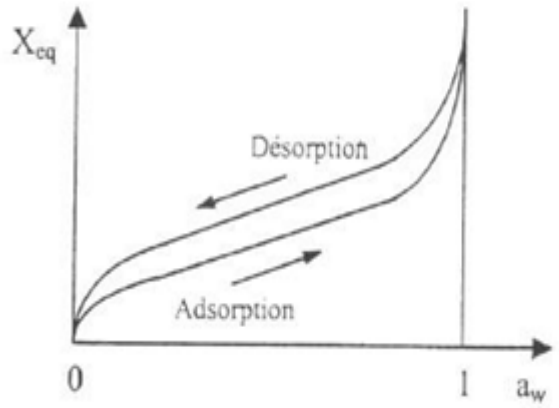


Figure I.5 Les isothermes d'adsorption / désorption.

I.3.2 Mécanismes intervenants au cours du séchage

Le séchage est une opération complexe qui met en jeu des transferts couplés de matière (d'eau essentiellement) et de chaleur, il est accompagné par des modifications physicochimiques et des structures des matériaux **(Bonazzi et Bimbinet, 2003).**

I.3.2.1 Transfert de chaleur

Sous l'effet du gradient de température, la chaleur se diffuse à travers le produit. Il existe 3 mécanismes de transfert de chaleur **(Bonazzi et Bimbinet, 2003).**

Par rayonnement: Dans ce cas, le produit à sécher est exposé à un rayonnement infrarouge ou micro-ondes à un niveau de chauffe volumétrique spécifié.

Par convection: Dans ce cas, le produit à sécher recevra un flux d'air chaud, qui fournit la chaleur nécessaire à l'évaporation du liquide et évacue la vapeur qui se forme.

Par conduction: Dans ce cas, le mécanisme est basé sur le contact direct du produit avec la surface chauffante sur laquelle le produit est posé.

I.3.2.2 Transfert de matière

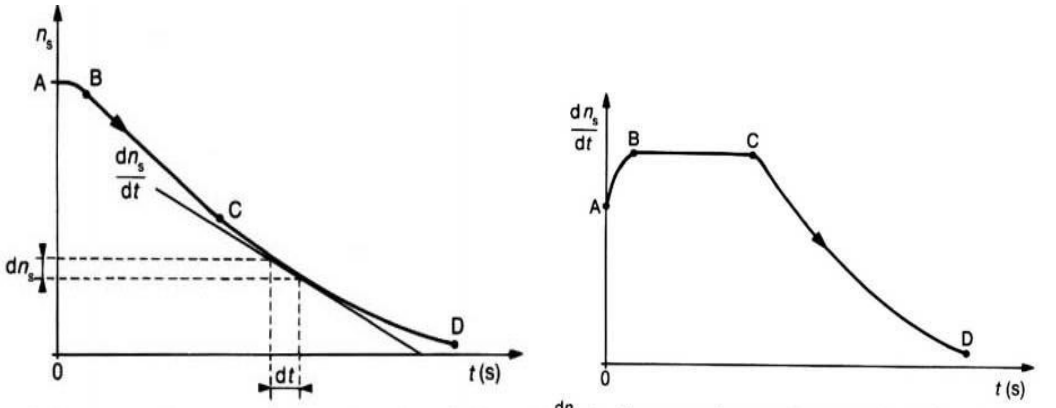
Le séchage se distingue des autres opérations de déshydratation par le fait que l'eau est enlevée du produit exclusivement par évaporation. L'évaporation de l'eau à la surface dépend de la température et de l'activité de l'eau. Le processus doit, ainsi, avoir pour force motrice le gradient de la pression partielle de vapeur d'eau entre la surface du produit et le milieu extérieur proprement dit **(Allafet al., 2012).**Le débit de chaleur mener par le milieu extérieur assure le changement de phase de l'eau en vapeur **(Bonazzi et Bimbinet, 2003)**

I.3.3 Description physique du séchage

Lorsqu'elle est exprimée par une courbe, elle décrit au mieux les caractéristiques de séchage du produit. L'une des représentations les plus intéressantes et les plus élémentaires est le changement de la teneur en humidité du produit ns avec le temps I, comme les montres(Figure I.6.a), ou le changement dans le temps de la vitesse de séchage dns / dt avec le temps I, comme la montre la (Figure I.6.b)Ces courbes de séchage incluent la forme la plus complète (c'est-à-dire lorsque toutes les étapes de séchage sont présentes). Ces deux représentations mettent en évidence l'existence de plusieurs étapes du processus de séchage. Tous ces éléments ne sont pas observables par le système. S'ils sont identifiables, nous distinguerons

- La phase transitoire de mise en température du produit à sécher (AB)
- La phase à vitesse de séchage constante (BC)
- La phase à vitesse de séchage décroissante (CD).

C: est le point critique du séchage.



n_s (en kilogramme d'eau par kilogramme de matière anhydre) est le **taux d'humidité** du produit à sécher.

$\frac{dn_s}{dt}$ (en kilogramme d'eau par kilogramme de matière anhydre par seconde) est la **vitesse de séchage**

FigureI.6.a Courbe de séchage ns= f(t).**Figure I.6.b** Courbe de séchage dns/dt= f(t).

I.4 Modes de séchage

Pour extraire l'eau d'un produit, différents modes peuvent être utilisés :

- **Séchage par entrainement** :

Lorsque vous placez un objet humide dans un courant d'air) Dans des conditions suffisamment chaudes et sèches, la différence de température et de pression partielle de la vapeur d'eau se produira naturellement entre l'objet et l'air. En raison de la différence de pression de vapeur d'eau entre la surface du produit et l'air ambiant, sous l'effet de la différence de température, cela provoque un transfert de chaleur de l'air vers le produit, tandis que l'eau est transférée dans le sens opposé. Si l'énergie nécessaire pour vaporiser l'eau est exactement égale à l'énergie fournie par l'air chaud, le séchage est dit « isoenthalpique» .

- **Séchage par ébullition :**

Dans toutes ces conditions la température du produit atteint un niveau tel que la pression de vapeur d'eau (p) de ce produit est égale ou dépasse à la pression totale ambiante (pt):p ≥ p**(Bimbenet et Bonazzi, 2003).**L'ébullition proprement dite s'observe difficilement dans les solides ou les corps pâteux que dans les liquides **(Perkin, 1980 ; Jean, 2011)**.

- **Séchage à l'air libre:**

Cette méthode est la plus ancienne et a été utilisée à ce jour. Il est basé sur le transfert d'eau du substrat sec souhaité vers l'air ambiant. En effet, la faible humidité relative de l'air correspond à la température élevée, ce qui lui confère une plus grande capacité d'absorption d'humidité. Par conséquent, l'augmentation de la température de l'air ambiant n'a aucun effet sur sa teneur en vapeur d'eau, mais le changement de température dans la matrice hydratée affectera la teneur en vapeur d'eau de cette dernière.

- **Séchage à l'étuve:**

Cette méthode, l'air chauffé est mis en contact avec le matériel humide pour faciliter de la chaleur et le transfert massif; la convection est principalement impliquée **(Dikbasan, 2007)**. Il faut préciser la consigne de température de l'étuve, le temps de séjour, et la taille de l'échantillon à tester. Même si cette taille n'est pas en général critique, le temps de séjour dans l'étuve doit être adapté au rapport surface/volume**(Vasseur,2009)**.

- **Séchage par micro-onde:**

Beaucoup de gens ne savent pas que les préparations pharmaceutiques sont séchées par séchage aux micro-ondes. Cette méthode est utilisée depuis les années 1930, lorsque le développement

des magnétrons a posé un défi aux communautés d'ingénieurs et scientifiques pendant la Seconde Guerre mondiale pour développer des applications industrielles de la technologie.

Développements majeurs dans la technologie des micro-ondes *:* Au cours des décennies suivantes, des recherches approfondies sur les propriétés des matériaux et la conception de magnétrons ont fait des progrès significatifs, conduisant à l'adoption d'applications micro-ondes dans les industries du caoutchouc, du papier, de la céramique et de l'alimentation. De plus, depuis les années 1950, les applications médicales des micro-ondes se sont également développées simultanément.

I.4.1Généralités sur le séchage par micro-onde :

I.4.1.1séchage par micro-onde :

Ce type du séchage est une méthode efficace de temps et d'énergie qui peut améliorer la qualité du produit dans certains cas **(Li et al., 2010).** Le fonctionnement d'un four à microonde est simple, l'énergie électrique apportée alimente le magnétron qui convertie l'énergie électrique en champ électromagnétique et par un guide d'onde (tube rectangulaire en métal), les ondes produites sont dirigées vers l'agitateur d'onde et pénètrent dans l'enceinte métallique où se trouve l'aliment à chauffer sur une plaque tournante, ce qui permet au produit alimentaire d'être exposé aux ondes qui pénètrent l'aliment pour atteindre les molécules d'eau (**Mathavi, Sujatha et al., 2013)**.

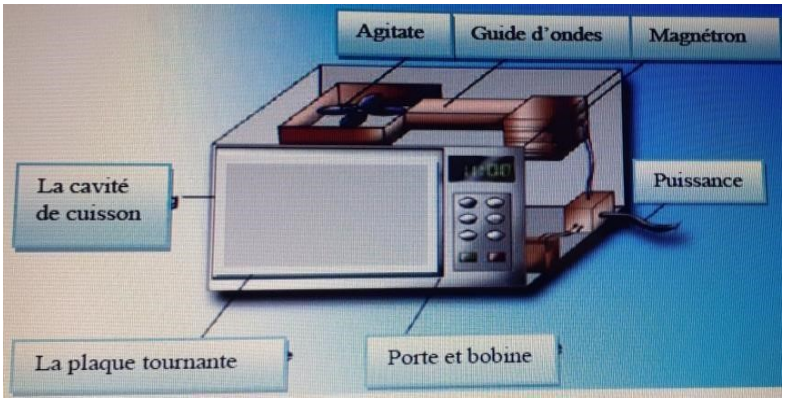
Le séchage par micro-onde est identique à celui du chauffage haute fréquence, il se caractérise par l'absorption d'un rayonnement électromagnétique par le produit à chauffer**(Roussy et *al*., 2003)**. Les vagues électromagnétiques agissent l'une sur l'autre directement avec des particules ioniques et dipolaires, entrainant l'excitation et le frottement **(Li *et al*.,2010).**

I.4.1.2Composition de l'appareil à micro-ondes :

L'installation micro-ondes comporte trois éléments:

- Générateur mo, magnétron: tube thermo-ionique qui convertit le courant en rayonnement MW. Il doit être protégé par un « circulateur » qui empêche l'onde réfléchie de retourner à la source de l'onde et de l'envoyer dans l'eau.
- Onde de transmission ou guide d'ondes, tube métallique et section rectangulaire. Sa fonction est de transmettre des ondes au produit.

- Applicateur de produit, four ou boîte de traitement thermique. Le type d'applicateur dépend du produit à traiter et de la manière dont l'énergie est distribuée.



FigureI.7 Schéma d'un four à micro-onde **(Mathavi et *al*., 2013).**

I.4.1.3 Mécanisme de chauffage par micro-ondes :

Deux types de mécanismes sont à l'origine de l'échauffement, le premier est relatif à la présence de charges libres, le deuxième est lié à la nature polaire des molécules.

Dans le premier cas, les charges libres (ions) soumises au champ électrique E vont migrer dans le sens du champ électrique et être au point de départ du courant conducteur. C'est le mécanisme de la conduction ionique. Les oscillations de ces charges sont entravées par la présence de molécules fixes et vont générer de la chaleur due aux chocs électriques.

Dans le second cas, le matériau composé de molécules formant des dipôles électriques est généralement distribué de manière aléatoire, et leur direction est dans la direction du champ électrique appliqué. Dans le cas d'un champ électrique alternatif, le dipôle changera « rapidement » de direction, et la haute fréquence produira un mouvement aléatoire, qui reflète la température élevée du système.

I.4.1.4 Paramètres affectant l'absorption des micro-ondes :

Pendant le traitement par micro-ondes, les constantes physiques de la composition du matériau déterminent la vitesse de chauffage et la distribution de la chaleur.Par conséquent, les caractéristiques du produit qui peuvent affecter son comportement pendant le traitement sont:

Propriétés diélectriques du matériau : Dans le traitement microondes, seules les propriétés électriques du matériel à chauffer sont importantes pour la dissipation de l'énergie électrique en chaleur.

*Puissance microondes dissipée :*La puissance microondes est en réalité une densité de puissance (ou puissance volumiques) dissipée dans le produit. L'énergie microondes en elle-même n'est pas une énergie thermique. La chaleur provient plutôt de la conséquence de l'interaction entre l'énergie des micro-ondes et le matériau **(Copson,1975)**.

Un coefficient d'absorption Ɛ ´´: ou facteur de perte, qui mesure la capacité du produit à absorber et à dissiper l'énergie électrique en chaleur. Ce facteur est sous l'influence de plusieurs facteurs tels que : la fréquence des ondes, la température, la teneur en eau et la composition de l'aliment **(SCHUBERT & REGIER, 2005)**. Le facteur de perte ε" d'un matériau varie avec sa température, sa teneur en eau et la fréquence du champ électrique qui lui est soumis **(Sosa-Morales et al., 2010).**

*La profondeur de pénétration des micro-ondes :*est l'absorption progressive de la puissance et est caractérisée par la profondeur de pénétration (dp). Elle est définie comme la profondeur dans le produit, par rapport à la puissance d'entrée, la transmission des vagues à cette profondeur est réduite de 37%. En d'autres termes, 63% de la puissance émise est dissipée dans la couche superficielle d'épaisseur dp**(Buffler, 1993)**.

I.4.1.5Technologies de séchage combinées aux micro-ondes

Pour comparer les différentes techniques de séchage, quatre aspects principaux du processus peuvent être pris en considération. Il s'agit de la vitesse de déshydratation, de la qualité et les caractéristiques du produit final, des couts énergétiques et économiques du processus. Le séchage micro-onde pet être combiné au **(Maskan, 2001; Ranjbaran and Zare, 2013)** :

- **Séchage MO combiné à la lyophilisation** :La lyophilisation est une technique de déshydratation douce mais énergivore. Donc, l'ajout d'un traitement aux MO accélère la vitesse de déshydratation d'un produit **(TAO et al.2005).**
- **Séchage en lit fluidisé associé à la MO :** Cette technologie permet d'homogénéiser la surface du produit séché et d'éviter l'apparition de points noirs **(Zhang et al., 2006)**.
- **Séchage MO combiné à l'air chaud (AC) :** La chaleur traditionnelle associée au séchage à l'air Mo réduit la consommation d'énergie, évite le problème de pelage en surface du

produit, et est également un moyen de limiter les dommages qui peuvent être causés par l'utilisation de l'Mo seul.

- **Séchage sous vide MO :** Ce processus de déshydratation utilise un rayonnement MO de 2450 MHz, qui est associé à un vide poussé au-dessus du point triple de l'eau. Le vide utilisé abaisse le point d'ébullition du produit et permet un séchage à basse température.

I.5Choix du procédé de séchage

Afin de sécher un produit donné, les modes de séchage utilisés sont basés sur le choix du séchoir adéquat qui se fait en fonction de certains facteurs:

- La nature du produit (liquide, solide).
- Le taux d'humidité final et initial.
- Débit de produit exigé.
- Sensibilité de produit vis-à-vis de la chaleur.
- Écurité de l'opération (toxicité, inflammabilité) **(McCabe et al., 1985).**

I.6 Granulation

I.6.1 Définition et objectifs

La granulation vise à transformer des particules de poudre cristalline ou amorphe en agrégats solides plus ou moins résistants et plus ou moins poreux, appelés opérations de fabrication de pastilles ou de granulés, mais peut également être utilisée directement. Il peut se présenter sous la forme de doses multiples ou de doses unitaires, telles que des capsules, des sachets et similaires.

Par rapport aux mélanges de poudre simples, les particules présentent de nombreux avantages: Ces différentes propriétés dépendent de l'adjuvant utilisé et du mode de préparation. Par conséquent, le type d'utilisation prévu doit être pris en compte lors de leur sélection. Son avantage Il peut être résumé comme suit: Maintenir l'homogénéité du mélange, facilité d'écoulement, distribution homogène de la dose volumique, compressibilité plus élevée, porosité élevée et favoriser la dissolution.

I.6.2 Intérêt de la granulation, (Camara, 2005)

Les avantages de la granulation La maîtrise du processus d'agglomération est un enjeu technique majeur, Les principaux avantages sont :

- Réduit l'état poudreux pour minimiser les pertes, la pollution et les risques Inhalation et explosion.
- Améliorez la fluidité des solides et améliorez-les Répétabilité de la masse unitaire.

- Augmentation de la densité apparente du grain (facile à stocker, transporter, Traitement…).
- Minimisez la ségrégation des particules du mélange.
- A une meilleure cohésion une fois compressée.
- Reliez étroitement AP et accessoires.
- Évitez le risque de dés homogénéisation.
- Point de base pour retenir l'électricité statique.

I.6.3Les mécanismes de formation des granulations

I.6.3.1 Mécanismes de liaison pour l'agglomération

Rumpf identifie cinq mécanismes à l'origine des forces agissant pendant et après l'agglomération mais il conclut qu'habituellement au moins deux interviennent pour un système donné **(Gauthier, 2003)**. Ces mécanismes sont :

1. **Cohésion provoquée par le film liquide immobile(comme pont de liaison) :**

Une humidité suffisante peut produire une couche d'adsorption encore mince,ce qui peut aider les fines particules à se lier en réduisant la distance entre les particules et en augmentant la zone de contact entre les particules. Ce mécanisme explique la cohésion de la poudre légèrement humide

2. **Forces inter-faciales et pression capillaire à la surface de liquide librement mobile** :

Lorsque le niveau de liquide à la surface dépasse le niveau de liquide du film,le liquide qui s'écoule forme un pont et la pression capillaire et la force d'interface formant une liaison ferme en lui.Bien qu'elle soient réversibles une fois séchées, ces liaisons précédent la formation de ponts solides.

3. **Ponts solides :**

Les ponts solides peuvent être formés en mélangeant partiellement les points de contact sous haute pression (en particulier à haute température) pour diffuser des molécules d'une particule à une autre. Ils peuvent également être formés par des réactions chimiques qui dissolvent la cristallisation des substances et la liaison des adhésifs.

4. **Forces d'attraction entre particules solides** :

Si les particules s'approchent suffisamment, les forces de surface peuvent interagir pour lier les particules, même en l'absence de liquide de mouillage. Ces comprennent les forces typiques agissant sur une courte distance ce sont:

Les forces de Van der Waals, Les forces électrostatiques. Puisqu'il s'agit de forces de surface,la réduction de la taille des particules favoris ce mécanisme.

5. **Liens par imbrication de particules entre elles :**

Les fibres, les petites tiges ou les grosses particules peuvent s'emboîter. Bien que l'emboîtement mécanique des particules affecté la résistance desagglomérats, par rapport à d'autres mécanismes, on considère généralement que sa contribution est faible.

I.6.3.2 Mécanismes de liaison en granulation humide

Les forces de cohésion générée dans le processus de granulation humide est principalement attribué au pont liquide formé entre les particules solides. Malgrél'attraction intermoléculaire (c'est une interaction à petite échelle)la force de Van der Waals et la force électrostatique jouent également un rôle préliminaire.

Les forces électrostatiques sontgénérées, modifiant ainsi l'état de charge de surface, la contribution globale de la force électrostatique permet à d'autres mécanismes provoquer une agglomération.

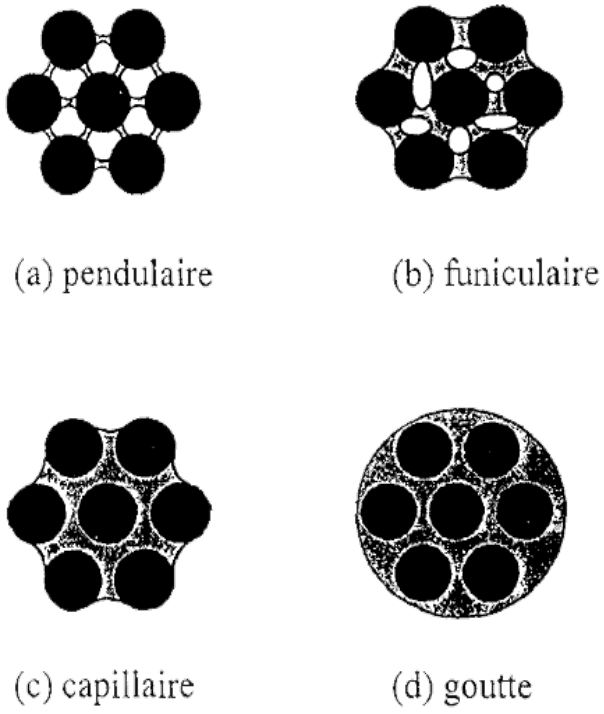


Figure I.8 Etats de la granulation humide**(Dilip, 1997)**.

Le mécanisme d'agglomération peut être considéré comme un changement graduel d'un état triphasique (gaz - liquide - solide) dans lequel la plupart des granules sont dans les états pendulaire et funiculaire, à un mélange biphasique (liquide - solide) dans lesquels les granules seront dans les états capillaire et de goutte. Chacun des quatre états(Figure I.8)représente une augmentation progressive de la teneur en liquide, avec un changement correspondant dans les forces capillaires jusqu'à ce que l'état de goutte soit atteint,**(Dilip, 1997) :**

Etat (a) : L'eau forme une lentille au point de contact entre les particules à faible teneur enliquide.

Etat (b) : Au fur et à mesure que la teneur en eau augmente, les anneaux se fusionnent pour former un réseau continu, qui est dispersé avec de l'aire.

Etat (c) : lorsque la teneur en liquide augmente: les pores de toutes les particules sont complètement remplis d'eau et le ménisque concave est produit lorsque l'eau est absorbée.

Etat (d) : apparaît lorsque le liquide entoure complètement les particules, produisent une phase liquide externe et une phase interne solide. La forcé de lagouttelette déponde de la tension superficielle de la phase liquide.

I.6.3.3 Les mécanismes de croissance des granulations

Le mécanisme de croissance des particules a été étudié en utilisant un tambour rotatif pourgranuler des distributions étroites et larges de poudres. kapurdivise la granulation en trois étapes ,**(Kapur ,1996)** :

1. Nucléation : la nucléation est le départ de la granulation, les particules entre en contact etadhèrent grâce aux ponts liquides.

2. Transition: les nucléi croissent par deux mécanismes possibles, soit des particules seulespeuvent rejoindre les nucléi par des ponts pendulaires, ou bien deux ou plusieurs nucléipeuvent s'associer. Les nucléi combinés seront remodulés par l'agitation du lit de poudre. Cetétat est caractérisé par la présence d'un grand nombre de petits granules avec une largedistribution de taille. Si la distribution de taille n'est pas excessivement large, cette étapereprésente une fin convenable pour les granules utilisés dans les gélules et pour la fabricationde comprimés.

3. Croissance des sphères: une croissance plus poussée des granules conduit à de grandsgranules sphériques et la taille moyenne des particules du système augmente avec le temps. Si l'agitation est poursuivie, la coalescence des granules continue et produit un systèmesurchargé inutilisables.

I.6.4 Différentes méthodes de granulation

Plusieurs méthodes d'accroissement de taille de particules existent, elles peuvent être classées en trois catégories :

- La granulation humide.
- La granulation sèche.
- Autres techniques de granulation : atomisation, frittage.

I.6.4.1 Granulation par voie sèche

La voie sèche est utilisée lorsque le principe actif ne supporte ni l'humidité, ni la température de séchage ou lorsqu'il est trop soluble dans les liquides de mouillage utilisables. Pour assurer une cohésion convenable entre les particules, il est nécessaire, comme dans la granulation par voie humide, d'ajouter à la poudre à granuler des liants ou agglutinants, mais ici sous forme de poudres sèches,**(Chaumeil , Brossard,2009)**.

Comme dans la granulation humide, afin d'assurer une bonne adhérence entre les particules, il est généralement nécessaire d'ajouter un liant ou un agent d'agrégation à la poudre à granuler; mais dans ce cas, c'est-à-dire en granulation à sec Ils seront introduits sous forme sèche.

Ce mode de granulation comporte 02 étapes :

• Compression :

Phase 1 'Presse à comprime': Il s'agit d'une machine alternative puissante capable de fabriquer de grandes tablettes de "bonbons durs".

Phase 2 ' Presse à cylindres': L'équipement ou compacteur utilisé comprend 02 cylindres en acier horizontaux parallèles ces cylindres sont équipés de moteurs puissants et tournent dans des sens opposés, la poudre passe entre 02 cylindres, la transformant ainsi en "plaques" très dures.

•**Broyage et criblage:**Les agglomérats ou plaques sont broyés, puis les grains résultants sont tamisés.

I.6.4.2 Granulation par voie humide

La granulation humide est un procédé d'agglomération très largement répandu dans le monde industriel.

I.6.4.2.1Définition

Méthode nécessitant l'incorporation d'un liquide de mouillage dans le mélange de poudres pour permettre son agglomération. Cette phase liquide peut être aqueuse ou organique,le liant peut êtreajouté dans le liquide de mouillage ou bien être mélangé à sec dans le mélange de poudres,**(Gayot ,2018)**.

I.6.4.2.2.Mise en œuvre de la granulation humide

L'eau est le liant le plus couramment utilisé en granulation, une granulation correcte n'est possible que pour une teneur en eau assez bien déterminée. On définit le taux d'humidité XL' rapport du volume d'eau au volume de solide,elle est généralement de 59 à 73% pour les poudres faiblement dispersées en taille et de l'ordre de 40 à 55% pour les larges distributions,**(Linkson, Duffy CF,1973).**

Théoriquement, la quantité d'eau correcte doit être la même que la porosité de la cheminée. En fait, il s'avère que la quantité utilisée varie entre 90% et 110% de cette valeur :

- Ajustez en partie la porosité en fonction du volume d'eau.
- Pénètre dans les vides (6-12% du volume des vides) où l'air se croise dans les pores des particules.

I.6.4.2.3 Principe

La granulation humide est la méthode la plus utilisée en industrie pharmaceutique et fait intervenir un liquide de mouillage dans un mélange de poudres.La phase liquide permet de former des ponts liquides entre les particules solides permettant ainsi l'agrégation de celle-ci. En effet, lors de l'évaporation du liquide, les ponts liquides se transforment en ponts solides. Pour y arriver, plusieurs étapes se suivent de sorte à répondre aux besoins de la production définis en introduction.

I.6.4.2.4 Etapes de granulation humide

- **Humidification ou mouillage** : La poudre ou mélange pulvérulent à granuler est additionné d'un liquide de mouillage. Ceci est réalisé dans un des mélangeurs- malaxeurs. Les liquides de mouillage peuvent être ajoutés directement dans le mélangeur avec ou sans précautions particulières ou bien avec un système de pulvérisation. Les liquides de mouillage sont généralement composés d'un solvant et d'une substance possédant des propriétés agglutinantes appelée liant. L'ensemble se présente sous forme d'une solution ou d'une pseudo solution **(HirA., Chaumeil. Brossard D,2009).**
- **Granulation proprement dite** : Cette opération s'effectue au moyen de « granulateurs » dont le rôle est de soumettre la masse humidifiée à une pression mécanique qui la fait passer de force à travers une surface perforée.]Il en existe 02 sortes : Granulateurs rotatifs(Figure I.10) .Granulateurs oscillants(Figure I.9).

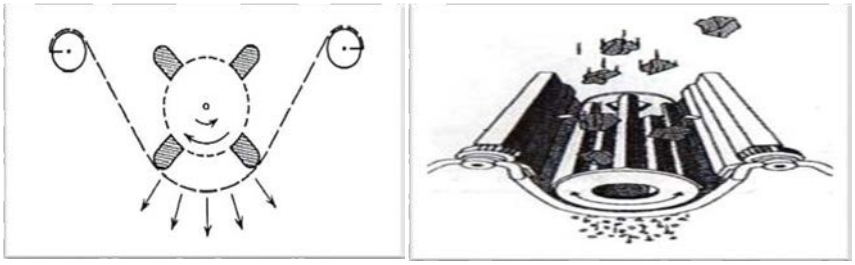


Figure I.9 granulateur oscillant FREWITT.

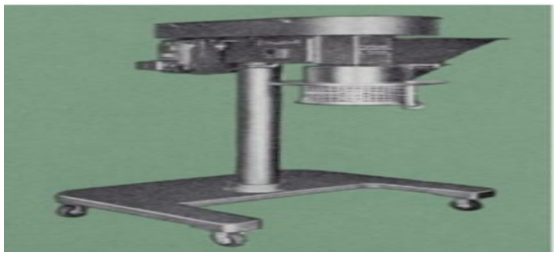


Figure I.10 photographie d'un granulateur rotatif classique fabriqué par Colton **(Frogerais ,2017).**

- **Séchage :** Le séchage évapore le liquide de mouillage dans l'espace entre les particules, transformant ainsi le pont liquide en pont solide. En raison de l'évaporation du solvant, le pont liquide se rétracte pour former des grains denses et secs. Le séchage des grains ne doit pas détruire le c'est pourquoi le processus de séchage est choisi dans la plupart des cas, il dépend de la cause de la sensibilité de l'AS à la chaleur. Deux types de séchage sont

principalement utilisés dans la fabrication: les séchoirs à lit fluidisé et les étuves à palataux.

- **Calibrage :** Afin de donner aux grains une certaine taille, il est nécessaire d'effectuer un étalonnage pour séparer les grains qui peuvent se coller à la fois. Nous utilisons des écrans de formes variées, ou des écrans composés de plaques métalliques avec des perforations régulièrement réparties sur toute la surface.
- **Lubrification :**Le principe consiste à ajouter un lubrifiant pour avoir une meilleure aptitude à l'écoulement,**(C. Abelli,1996)**.

I.7 Vitesse de séchage

La vitesse de séchage est définie comme le rapport de la quantité d'eau évaporée du solide dans une unité de temps à la masse du solide séché, ou simplement le quotient de la différence entre la teneur "Δm" et le temps "Δt", qui est en fait une caractéristique de la vitesse de transmission. La vitesse de séchage dépend d'un grand nombre de paramètres dont les plus importants sont :

- Propriétés du produit, porosité, forme et humidité.
- Température, humidité et vitesse de l'air.

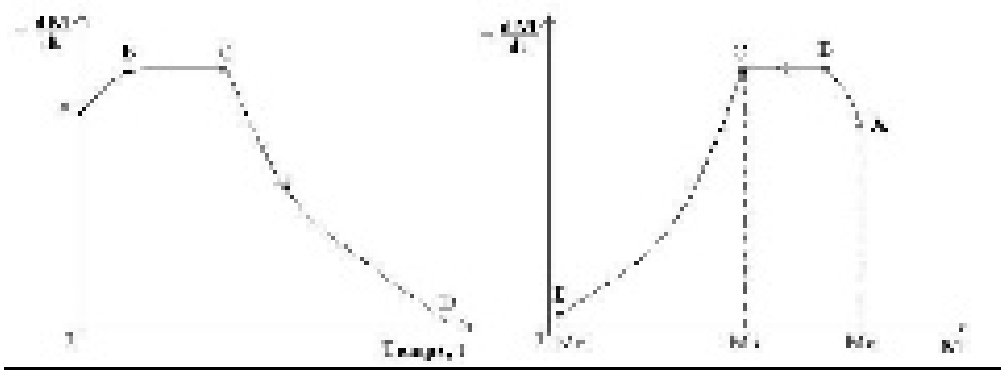


Figure I.11.a Vitesse de séchage -dM/dt=f(t)**FigureI.11.b**Vitesse de séchage -dM/dt=f(M**)**

I.7.1. Courbes de Séchage

Les courbes de séchage sont représentées soit par les variations de l'humidité absolue (X) du produit en fonction du temps, soit par la variation de la vitesse de séchage (-dX/dt) en fonction du temps t ou même la courbe proposée par Krisher (dX/dt) en fonction de l'humidité absolue X **(J.P NADEAU, PUIGGALI,2011)**.

I.7.2. Cinétique du séchage

Nous utilisons les courbes suivantes pour étudier la cinétique de séchage de différents produits Evolution du taux de séchage (quantité d'eau évaporée par unité de temps et de surface) L'évaporation du matériau (kg eau / m2.s) en fonction du temps. Ces courbes sont Habituellement pour différentes conditions expérimentales (température, Air sec, humidité ...). Ils caractérisent le comportement global du produit Change avec le temps pendant le processus de séchage. Courbe cinétique de séchage Il varie en fonction du produit à sécher, qui contient une à trois périodes principales Cinétique de séchage, tout dépend du produit.

I.7.2.1 Les paramètres de l'aire influents sur la cinétique de séchage

A.Influence de la température de l'air de séchage (Ta) :

La température de l'air de séchage a une influence importante sur la vitesse de séchage. Cette L'effet est que l'apport de chaleur au produit augmente avec l'augmentation de la température de l'air. Elle est Cela est également dû à la température du produit, ce qui est particulièrement important car la température du produit L'air est haut. En conséquence, le taux de diffusion de l'eau dans le produit devient Important.

B.Influence de l'humidité de l'air de séchage(Hr) :

La teneur en eau de l'air, joue un rôle important sur le comportement des cinétiques de séchage de certains produits, il semble que cette influence est plus importante au début de séchage et diminue lorsque la température de l'air augmente, **(D.MENNOUCHE, 2006)**

C.Influence de la vitesse de l'air de séchage (Va):

La vitesse de l'air a un effet positif sur la cinétique de séchage, notamment au début de l'opération. Cependant, pour les produits dont la cinétique de séchage est contrôlée par migration L'influence de l'eau interne et de la vitesse de séchage de l'air devient faible.

D.Influence de taux de recyclage de l'air de séchage :

Le recyclage est d'une grande importance dans les opérations de séchage car quoique l'air sortant du séchoir soit plus humide, sa température est élevée **(M.Kouhila, .Belghit, Boutaleb.2000)**

E.Le calibre du produit à sécher :

La vitesse de déshydratation dépend en outre de la vitesse de diffusion intra-cellulaires de l'eau de dilution du suc cellulaire ; fonction elle-même de l'épaisseur du fruit. Le comportement de la

datte au séchage dépend de leurs caractéristiques morphologiques. De ce fait, la datte est utilisée entièrement pour se rapprocher des conditions réelles des dattes dans l'industrie**. (MATALLAH, 2004)**

F.Influence de L'épaisseur du produit à sécher (Ep) :

Si cette épaisseur est de plus en plus croissante, cela signifie que la vapeur d'eau doit traverser un parcours plus long expliquant ainsi et en grande partie ce ralentissement de l'allure de séchage, **(D. MENNOUCHE, 2006).**

I.7.2.2.Les facteurs qui augmentent la cinétique :

- La diminution de l'humidité absolue de l'air de séchage.
- L'élévation de la température de l'air de séchage.
- L'augmentation du coefficient de transfert thermique par une augmentation de la vitesse de circulation de l'air.
- L'augmentation de la surface spécifique du produit, ce qui entraine une augmentation de la surface d'échange.
- La nature de solide et sa structure interne (pores, interstices) n'intervenant pas. **(Zidani, 2009)**

I.8 Conclusion

Dans la production pharmaceutique, les matières premières sont généralement transformées en particules afin d'assurer l'uniformité et la facilité de transport des médicaments. Les exemples incluent les poudres, les capsules et les comprimés,en utilisant une technique de séchage. Il est très important dans lequel l'élimination de l'humidité des matériaux garantit qu'ils peuvent être préservés de la détérioration pendant une plus longue période.

Le séchage arrête l'activité des bactéries et des enzymes, laissant les matériaux concentrés et préservant leurs formules et faciles à stocker et leur efficacité. L'une de ces méthodes est le séchage par micro-ondes.

chapiter II

Machine à vectour Support

II.1 Introduction

L'algorithme des machines à vecteurs de support a été développé dans les années 90 par Vapnik. Il a initialement été développé comme un algorithme de classification binaire supervisée. Il s'avère particulièrement efficace de par le fait qu'il peut traiter des problèmes mettant en jeu de grands nombres de descripteurs, qu'il assure une solution unique (pas de problèmes de minimum local comme les réseaux de neurones) et il a fourni de bons résultats sur des problèmes réels **(Li, 2006).**

L'algorithme sous sa forme initiale revient à chercher une frontière de décision linéaire entre deux classes, mais ce modèle peut considérablement être enrichi en se projetant dans un autre espace permettant d'augmenter la séparabilité des données. On peut alors appliquer le même algorithme dans ce nouvel espace, ce qui se traduit par une frontière de décision non linéaire dans l'espace initial. Nous reviendrons aux détails de cette méthode dans le chapitre 3 puisque cette approche fait précisément l'objet du sujet **(Gherghout and Souici-Meslati, 2009; Mahé, 2003).**

II.2 Apprentissage statistique

La théorie d'apprentissage statistique étudie les propriétés mathématiques des apprentissages de la machines **(Vapnik and Vapnik, 1998).** Ces propriétés représentent les propriétés de la classe de fonctions ou modèles que peut implémenter la machine. L'apprentissage statistique utilise un nombre limité d'entrées (appelées exemples) d'un système avec les valeurs de leurs sorties pour apprendre une fonction qui décrit la relation fonctionnelle existante, mais non connue, entre les entrées et les sorties du système.

On suppose premièrement que les exemples d'apprentissage, appelés aussi exemples d'entrainement, sont générés selon une certaine probabilité inconnue (mais fixe) c'est-à-dire indépendants et identiquement distribués (iid). C'est une supposition standard dans la théorie d'apprentissage. Les exemples sont de dimension m $\in \Re^m$) et dans le cas d'apprentissage supervisé, accompagnés d'étiquettes caractérisant leurs types ou classes d'appartenance. Si ces étiquettes sont dénombrables, on parle de classification sinon on parle de régression. Dans le cas d'une classification binaire cette étiquette est soit +1 ou -1. L'ensemble des exemples et leurs étiquettes correspondantes est appelés ensemble d'apprentissage.

Une machine efficace d'apprentissage est une machine qui apprend de l'ensemble d'entrainement une fonction qui minimise les erreurs de classification sur l'ensemble lui même. Soit D = $\{(x_1, y1) \ldots. (x_n, y_n)\}$ l'ensemble des exemples d'entrainement,

Avec $x_i \in \Re^m$ et $y_i = \pm 1$, et soit f(x) la fonction apprise par la machine d'apprentissage. On appelle le risque empirique R_{emp} [*f*] le taux d'erreurs effectuées par la fonction *f* sur l'ensemble d'entrainement D.

$$R_{emp} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} L(y_i, f(x_i))$$

$$L = \begin{cases} 1 \; si \; y = f(x_i) \\ 0 \; \; sinon \end{cases}$$

Puisque l'ensemble D ne représente qu'une simple partie de tout l'espace d'exemples, la fonction apprise f, qui minimise le risque empirique, peut se comporter mal avec les nouveaux exemples non vus à l'entrainement. C'est un phénomène très connu en apprentissage automatique appelé le sur-apprentissage ou apprentissage par coeur. Pour garantir que f, prenne en charge même les exemples non jamais vus, il faut contrôler sa capacité de généralisation mesurée souvent sur un autre ensemble d'exemples appelé ensemble de test réservé uniquement pour tester la machine apprise. La fonction f recherchée doit donc minimiser les erreurs de classification sur les deux ensembles : d'entrainement et de test.

Trouver la fonction optimale f revient toujours à un problème d'optimisation, ce qui explique la forte relation entre l'apprentissage et l'optimisation. Avant de rechercher la fonction f, il faut définir son type puis rechercher ses paramètres.

Dans le cas des machines à vecteur support, la fonction recherchée est de forme linéaire. Les SVMs sont, donc, des systèmes d'apprentissage qui utilisent un espace d'hypothèses de fonctions linéaires dans un espace de caractéristique à haute dimension. Cette stratégie d'apprentissage introduite par Vapnik et ses co-auteurs **(Vapnik, 2000)** est une méthode très puissante. Elle a pu, en quelques années depuis sa proposition, conquérir la plupart des autres systèmes d'apprentissage dans une grande variété de domaines d'application.

II.3 SVM binaires

Le cas le plus simple est celui où les données d'entrainement viennent uniquement de deux classes différentes (+1 ou -1), on parle alors de classification binaire. L'idée des SVMs est de rechercher un hyperplan (droite dans le cas de deux dimensions) qui sépare le mieux ces deux classes (figure 2.1).

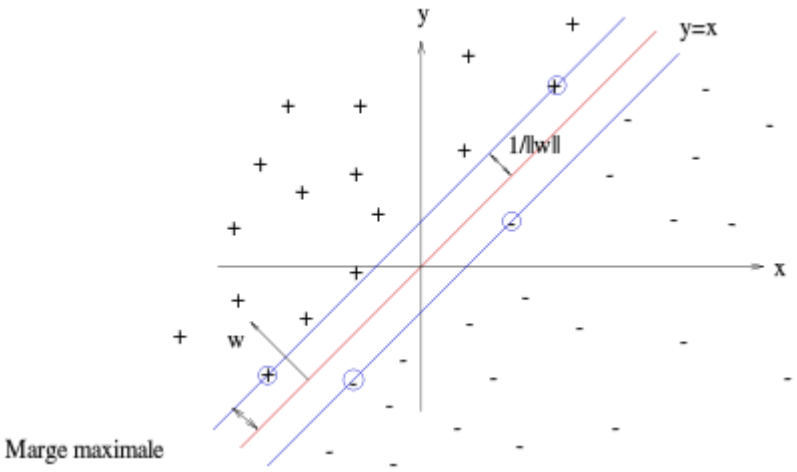


Figure II.1 SVM binaire

Si un tel hyperplan existe, c'est-à-dire si les données sont linéairement séparables, on parle d'une machine à vecteur support à marge dure (Hard margin).

II.3.1 SVM à marge dure

L'hyperplan séparateur est représenté par l'équation (2.2) suivante :

$$H(x) = w^t x + b$$

Où w est un vecteur de m dimensions et b est un terme. La fonction de décision, pour un exemple x, peut être exprimée comme suit :

$$\begin{cases} Classe = \quad 1 \; si \; H(x) > 0 \\ Classe = -1 \; si \; H(x) < 0 \end{cases}$$

- Puisque les deux classes sont linéairement séparables, il n'existe aucun exemple qui se situe sur l'hyperplan, c-à-d qui satisfait H(x) = 0. Il convient alors d'utiliser la fonction de décisions suivante :

$$\begin{cases} Classe = \quad 1 \; si \; H(x) > 1 \\ Classe = -1 \; si \; H(x) < -1 \end{cases}$$

Les valeurs +1 et -1 à droite des inégalités peuvent être des constantes quelconques +a et -a, mais en divisant les deux parties des inégalités par a, on trouve les inégalités précédentes qui sont équivalentes à l'équation (2.5) :

$$y(w^T x_i + b) \geq 1, i = 1 \ldots n$$

L'hyperplan $w^T x + b = 0$ représente un hyperplan séparateur des deux classes, et la distance entre cet hyperplan et l'exemple le plus proche s'appelle la marge (figure 2.1). La région qui se trouve entre les deux hyperplans $w^T x + b = -1$ et $w^T x + b = +1$ est appelée la région de généralisation de la machine d'apprentissage. Plus cette région est importante, plus est la capacité de généralisation de la machine. La maximisation de cette région est l'objectif de la phase d'entrainement qui consiste, pour la méthode SVM, à rechercher l'hyperplan qui

maximise la région de généralisation c-à-d la marge. Un tel hyperplan est appelé "hyperplan de séparation optimale". En supposant que les données d'apprentissage ne contiennent pas des données bruitées (mal-étiquetées) et que les données de test suivent la même probabilité que celle des données d'entraînement, l'hyperplan de marge maximale va certainement maximiser la capacité de généralisation de la machine d'apprentissage.

La détermination de l'hyperplan optimal passe par la détermination de la distance euclidienne minimale entre l'hyperplan et l'exemple le plus proche des deux classes. Puisque le vecteur w est orthogonal sur l'hyperplan séparateur, la droite parallèle à w et reliant un exemple x à l'hyperplan est donnée par la formule (2.6) :

$$\frac{aw}{\|w\|} + x = 0$$

Où a représente la distance entre x et l'hyperplan. La résolution de (2.6), donne (2.7) :

$$a = -\frac{w^T x + b}{\|w\|}$$

La distance de tout exemple de l'hyperplan doit être supérieure ou égale à la marge δ :

$$\frac{y_i(w^T x_i + b)}{\|w\|} \geq \delta$$

Si une paire (w, b) est une solution alors (aw, ab) est une solution aussi où a est un scalaire. On impose alors la contrainte (2.9) suivante :

$$\|w\| \, \delta \geq 1$$

Pour trouver l'hyperplan séparateur qui maximise la marge, on doit déterminer, à partir des deux dernières inégalités, le vecteur w qui possède la norme euclidienne minimale et qui vérifie la contrainte de l'équation (2.5), de bonne classification des exemples d'entrainement. L'hyperplan séparateur optimal peut être obtenu en résolvant le problème de l'équation (2.10) :

$$\begin{cases} Minimiser \\ Sous\ contraintes \\ y_i(w^T x_i + b) \geq 1 \ \forall_i = 1..n \end{cases}$$

Remarquons que nous pouvons obtenir le même hyperplan même en supprimant toutes les données qui vérifient l'inégalité de la contrainte. Les données qui vérifient l'égalité de la contrainte s'appellent les vecteurs supports, et ce sont ces données seules qui contribuent à la détermination de l'hyperplan. Dans la figure 2.1, les données qui se trouvent sur les deux droites +1 et 1 représentent les vecteurs supports.

Le problème de l'équation (2.10) est un problème de programmation quadratique avec contraintes linéaires. Dans ce problème, les variables sont w et b, c-à-d que le nombre de variables est égal à m + 1. Généralement, le nombre de variables est important ce qui ne permet

pas d'utiliser les techniques classiques de programmation quadratique. Dans ce cas le problème (2.10) est converti en un problème dual équivalent sans contraintes de l'équation (2.11) qui introduit les multiplicateurs de Lagrange :

$$Q(w,b,\alpha) = \frac{1}{2}w^T w - \sum_{i=1}^{n} a_i \{y_i(w^T x_i + b) - 1\}$$

Où les _i sont les multiplicateurs non négatifs de Lagrange. L'optimum de la fonction objective Q peut être obtenu en la minimisant par rapport à w et b et en la maximisant par rapport aux _i. À l'optimum de la fonction objective, ses dérivées par rapports aux variables w et b s'annulent ainsi que le produit des _i aux contraintes (équation 2.12)

$$\begin{cases} \dfrac{\partial Q(w,b,\alpha)}{\partial w} = 0 \\ \dfrac{\partial Q(w,b,\alpha)}{\partial b} = 0 \\ \alpha_i\{y_i(w^T x_i + b) - 1\} = 0 \\ \alpha_i \geq 0 \end{cases}$$

De (2.12.a) on déduit :

$$\begin{cases} w = \sum_{i=1}^{n} \alpha_i y_i x_i \\ \sum_{i=1}^{n} \alpha_i y_i = 0 \end{cases}$$

En remplaçant dans 2.11, on obtient le problème dual à maximiser suivant :

$$\begin{cases} Maximiser\ Q(\alpha) = \sum_{i=1}^{n} \alpha - \sum_{i=1}^{n}\sum_{j=1}^{n} \alpha_i \alpha_j y_i y_j x_i^T x_j \\ Sous\ Conntaintes \\ \sum_{\substack{i=1 \\ \alpha \geq 0}}^{n} \alpha_i y_i \end{cases}$$

Si le problème de classification est linéairement séparable, une solution optimale pour les α_i existe. Les exemples ayant des $\alpha_i \neq 0$ représentent les vecteurs supports appartenant aux deux classes. La fonction de décision est donnée par :

$$H(x) = \sum_{S} \alpha_i y_i x^T x_i + b$$

Où S représente l'ensemble des vecteurs supports. b peut être calculé à partir de n'importe quel vecteur support par l'équation (2.16) :

$$b = y_i - w^T x_i$$

D'un point de vue précision, on prend la moyenne de b pour tous les vecteurs supports:

$$b = \frac{1}{|S|} \sum_{i \in S} y_i - w^T x_i$$

La fonction de décision H peut être calculée, donc, pour chaque nouvel exemple x par l'équation (2.15) et la décision peut être prise comme suit :

$$\begin{cases} x \in Classe + 1 \; Si \; H(x) > 0 \\ x \in Classe - 1 \; si \; H(x) < 0 \\ x \; Inclassifable \; si \; H(x) = 0 \end{cases}$$

La zone -1 < H(x) < 1 est appelée la zone de généralisation.

Si on prend un exemple xk de l'ensemble d'entrainement appartenant à la classe yk et on calcule sa fonction de décision H(xk), on peut se trouver dans l'un des cas suivants :

1. yk * H(xk) > 1 : dans ce cas l'exemple est bien classé et ne se situe pas dans la zone de la marge. Il ne représente pas un vecteur support.
2. yk _ H(xk) = 1 : dans ce cas l'exemple est bien classé et se situe aux frontières de la zone de la marge. Il représente un vecteur support.
3. 0 < yk _ H(xk) < 1 : dans ce cas l'exemple est bien classé et se situe dans de la zone de la marge. Il ne représente pas un vecteur support.
4. yk _H(xk) < 0 : dans ce cas l'exemple se situe dans le mauvais coté, il est mal classé et ne représente pas un vecteur support (Vapnik, 1995).

II.3.2 SVM à marge souple

En réalité, un hyperplan séparateur n'existe pas toujours, et même s'il existe, il ne représente pas généralement la meilleure solution pour la classification. En plus une erreur d'étiquetage dans les données d'entrainement (un exemple étiqueté +1 au lieu de -1 par exemple) affectera crucialement l'hyperplan.

Dans le cas où les données ne sont pas linéairement séparables, ou contiennent du bruit (outliers : données mal étiquetées) les contraintes de l'équation (2.5) ne peuvent être vérifiées, et il y a nécessité de les relaxer un peu. Ceci peut être fait en admettant une certaine erreur de classification des données (figure 2.2) ce qui est appelé "SVM à marge souple (Soft Margin)".

$$y(w^T x_i + b) \geq 1, i = 1 \ldots n$$

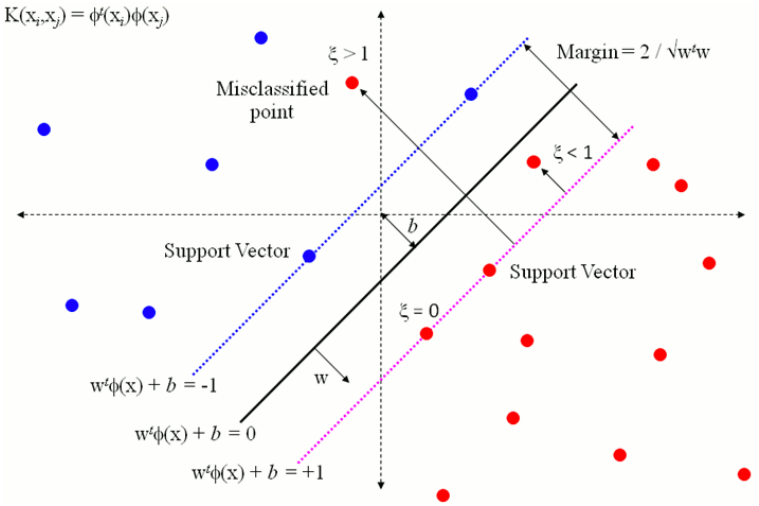


Figure II.2 SVM binaire à marge souple

II.4. SVM principe de fonctionnement général :

Pour deux classes d'exemples donnés, le but de SVM est de trouver un classificateur qui va séparer les données et maximiser la distance entre ces deux classes. Avec SVM, ce classificateur est un classificateur linéaire appelé hyperplan.

Dans le schéma qui suit, on détermine un hyperplan qui sépare les deux ensembles de points (Hasan and Boris, 2006).

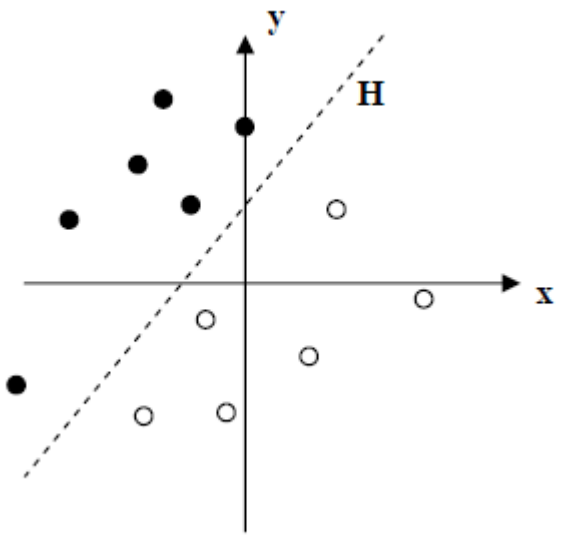


Figure II.3 Exemple d'un hyperplan séparateur (Hasan and Boris, 2006)

Il est évident qu'il existe une multitude d'hyperplan valide mais la propriété remarquable des SVM est que cet hyperplan doit être optimal. Nous allons donc en plus chercher parmi les hyperplans valides, celui qui passe « au milieu » des points des deux classes d'exemples. Intuitivement, cela revient à chercher l'hyperplan le « plus sûr » (Cornuéjols, 2002).

En effet, supposons qu'un exemple n'ait pas été décrit parfaitement, une petite variation ne modifiera pas sa classification si sa distance à l'hyperplan est grande. Formellement, cela revient à chercher un hyperplan dont la distance minimale aux exemples d'apprentissage est maximale (Cornuéjols, 2002).

On appelle cette distance « marge » entre l'hyperplan et les exemples. L'hyperplan séparateur optimal est celui qui maximise la marge. Comme on cherche à maximiser cette marge, on parlera de séparateurs à vaste marge (Cornuéjols, 2002).

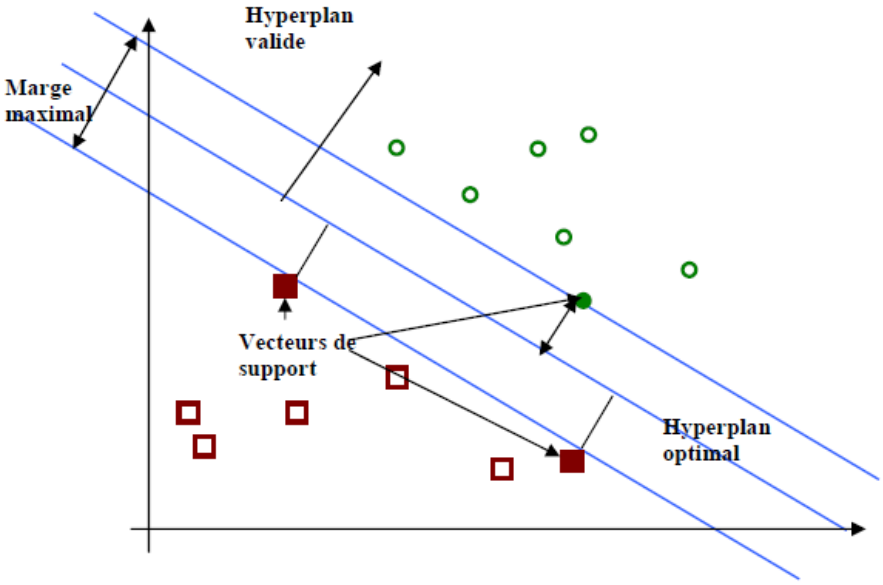


Figure II.4 Exemple de marge maximal (hyperplan valide)

II.5 Linéarité et non-linéarité

Parmi les modèles des SVM, on constate les cas linéairement séparables et les cas non linéairement séparable. Les premiers sont les plus simples de SVM car ils permettent de trouver facilement le classificateur linéaire. Dans la plupart des problèmes réels il n'y a pas de séparation linéaire possible entre les données, le classificateur de marge maximale ne peut pas être utilisé car il fonctionne seulement si les classes de données d'apprentissage sont linéairement séparables (Hasan and Boris, 2006).

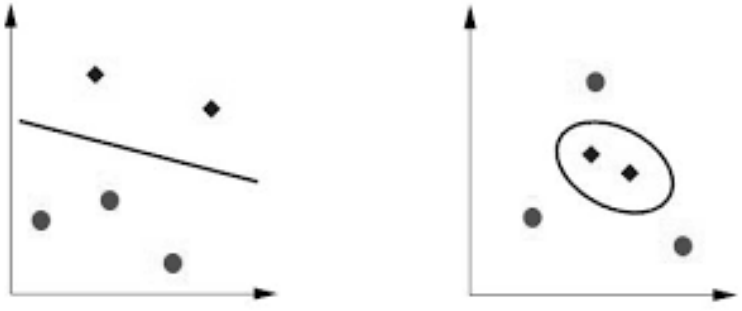


Figure II.4.a Cas linéairement séparable**, Figure II.4.b** Cas non linéairement séparable.

II.6 SVM pour la régression

Dans leur origine, les SVMs ont été développées pour des problèmes de classification. Cependant, leur nature leur permet de résoudre également des problèmes de régression. La régression est un cas particulier de classification où les classes des exemples ne sont pas dénombrables c-à-d continues. Le problème consiste à trouver, en utilisant $= \{(x_1, y_1), \dots (x_n, y_n)\}$, une fonction $\hat{f}: \Re^m \rightarrow \Re$ qui rapproche le plus possible des yi, en d'autres termes qui minimise la différence entre les $\hat{f}(x_i)$ et les yi.

Souvent, $\hat{f}$ est considérée comme fonction linéaire : $\hat{f} = (w, x) + b$ où w est un vecteur et b est un scalaire. Le problème revient donc à trouver un hyperplan caractérisé par w* et b* qui minimise l'écart global entre $\hat{f}$ et les yi (équation 2.49).

$$(w^*, b^*) = argmin_{w,b} \sum_{i=1}^{n} (y_i - \langle w, x_i \rangle - b)^2$$

Pour résoudre ce problème, les SVMs utilisent une astuce semblable a celle utilisée en classification (Basak et al., 2007; Farag and Mohamed, 2004; Hamel, 2011). On propose de modéliser la fonction de régression par un hyperplan qui se situe au centre d'un hyper-tube de largeur 2ϵ contenant tous les exemples d'entrainement (figure2.5).

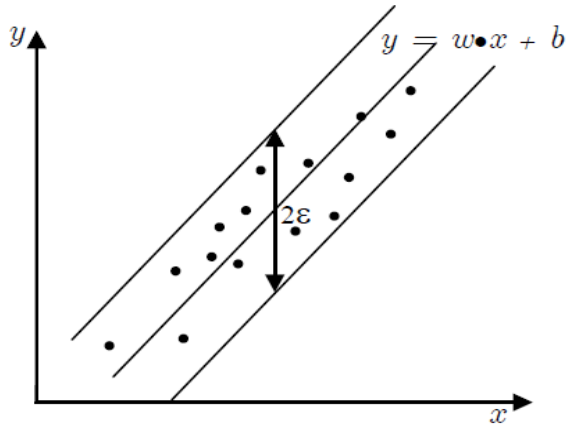


Figure II.5 Hyper-tube modélisant la fonction de régression.

Plusieurs hyper-tubes, de largeur 2ϵ contenant tous les exemples d'entrainement, peuvent exister. L'hyper-tube optimal est celui qui minimise la distance entre les exemples d'entrainement et ses frontières, autrement dit, qui maximise la distance des exemples de l'hyperplan du centre (figure 2.5).

La détermination de l'hyper-tube optimal est semblable à la détermination de l'hyperplan optimal de marge maximale dans le cas de classification. On doit donc rechercher un hyper-tube de marge maximale avec tous les exemples d'entrainement à l'intérieur. Par une analyse

similaire à celle du problème de classification, la solution du problème de régression est réduite à la résolution du problème dual d'optimisation quadratique de l'équation (2.50).

$$\begin{cases} Maximiser\ \alpha,\alpha' -\frac{1}{2}\sum_{i,j=1}^{n}(\alpha_i-\alpha_i')(\alpha_j-\alpha_j')\langle x_i,x_j\rangle \\ -\epsilon\sum_{i=1}^{n}(\alpha_i+\alpha_i')+\sum_{i=1}^{n}y_i(\alpha_i+\alpha_i') \\ Sous\ Contraintes \\ \sum_{i=1}^{n}(\alpha_i+\alpha_i')=0 \\ 0\le\alpha_i+\alpha_i'\le C \end{cases}$$

Où les α_i et les α_i' sont les coefficients des exemples respectivement au dessus et au dessous de l'hyperplan et C est un paramètre pour leur pénalisation. La fonction de sortie $\hat{f}(x_i)$ peut être donnée par l'équation (2.51).

$$\hat{f}(x)=\sum_{i=1}^{n}(\alpha_i-\alpha_i')\langle x_i,x\rangle+b$$

Où b est calculé à partir d'un exemple dont $0<\alpha_i<C$ (vecteur support) par l'équation (2.52).

$$b=y_i-\langle w,x_i\rangle+\epsilon$$

II.6.1 Utilisation des noyaux

Parmi les motivations les plus solides du développement des machines à vecteur support pour la régression, est leur extension simple aux cas non linéaires, grâce à l'utilisation des noyaux. En effet, d'une manière similaire au cas de classification, on fait une transformation d'espace $\emptyset$ pour se trouver toujours face à une régression linéaire. La transformation d'espace inverse$\emptyset^{-1}$, permet de retourner à l'espace d'origine après la résolution dans le nouvel espace (figure 2.16).

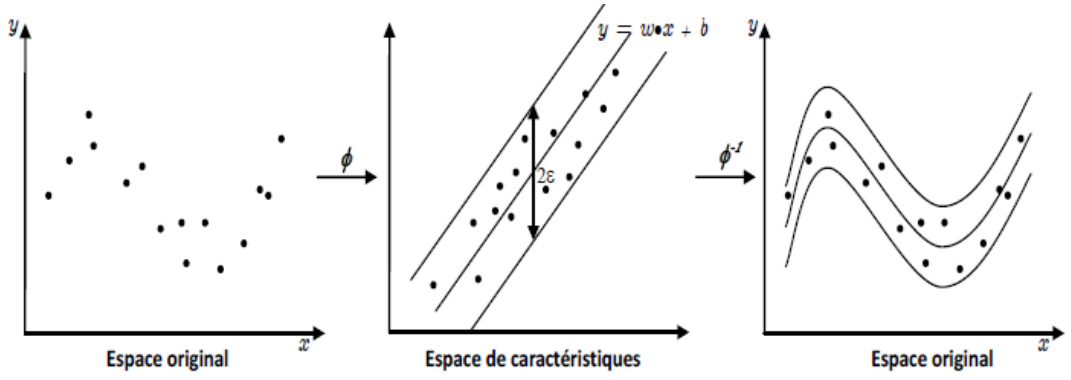


Figure II.6. Utilisation des noyaux pour la résolution de la régression non linéaire

Comme dans le cas de classification, la transformation ∅ et son inverse sont réalisées grâce à une fonction réelle K (xi,xj) appelée Noyau (Kernel). Le produit scalaire dans les équations (2.50) et (2.51) est remplacé par la fonction du noyau.

II.6.2 Les noyaux

Outre le passage au non linéaire, l'utilisation de noyaux permet une autre généralisation très utile dans la pratique : la définition des SVM sur des objets complexes comme des images, des graphes, des protéines où des automates pour ne citer qu'eux. Nous n'avons donc pas besoin de faire d'hypothèse sur la nature du domaine des observations X et un noyau k est défini de manière générale comme une fonction de deux variables sur $\Re$:

$$(x, x') \rightarrow \Re$$

- **Matrice de Gram**

La matrice de Gram du noyau k(., .) pour les observations {x1, . . . , xi , . . . , xn} (pour tout entier n fini) est la matrice carrée K de taille n et de terme général Kij = k(xi , xj).

- **Noyau positif**

Un noyau k est dit positif si, pour tout entier n fini et pour toutes les suite de n observations possibles {xi , i = 1, n}, la matrice de Gram associée est une matrice symétrique définie positive. L'intéret des noyaux positifs c'est qu'il est possible de leur associer un produit scalaire. Les noyaux dit de Mercer sont des noyaux positifs définis sur un ensemble compact

- **Exemples de noyaux**

Les noyaux positifs se divisent en deux grandes familles principales : les noyaux radiaux qui dépendent d'une distance et les noyaux projectifs qui sont définis à partir d'un produit scalaire.

Type	**Nom**	K(s,t)
Radial	Gaussien	$\exp\left(-\frac{r^2}{\sigma}\right), r = \|s-t\|$
	Laplacien	$\exp\left(-\frac{r}{\sigma}\right)$
	Rationnel	$1-\frac{r^2}{r^2+\sigma}$
	Loc gauss	$\max\left(0{,}1-\frac{r}{\sigma}\right)^p \exp\left(-\frac{r^2}{\sigma}\right)$
Non Stationnaire	X^2	$\exp\left(-\frac{r}{\sigma}\right), r = \sum_k \frac{(s_k-t_k)}{s_k+t_k}$
Projectif	Polynomial	$(s^T t)^P$
	Affine	$(s^T t+\sigma)^P$
	Cosinus	$\frac{s^T t}{\|s\|\|t\|}$
	Corrélation	$\exp\left(\frac{s^T t}{\|s\|\|t\|}-\sigma\right)$

Tableau II.1 Exemples de noyaux.

La plupart de ces noyaux dépendent d'un paramètre σ appelé « largeur de bande » dont le réglage est souvent critique pour le bon fonctionnement de la méthode

II.7 Implémentation des SVMs

L'implémentation des SVMs pour la classification binaire consiste à la résolution du problème dual de programmation quadratique de l'équation (2.53) pour déterminer l'hyperplan de marge maximale.

$$\begin{cases} Maximiser \sum_{i=1}^{n} \alpha_i - \frac{1}{2}\sum_{i=1}^{n}\sum_{j=1}^{n} \alpha_i \alpha_j y_i y_j K(x_i, x_j) \\ Sous\ contraintes \\ \sum_{i=1}^{n} \alpha_i\, y_i = 0 \\ 0 \le\ \alpha_i \le C \end{cases}$$

Où les xi sont les exemples d'entrainement, n leur nombre et yi = ±1 leur classe respective, les α_i les multiplicateurs de Lagrange à déterminer et K est le noyau utilisé.La résolution de ce problème consiste à déterminer les α_i optimaux. Si le nombre d'exemples est modeste (de l'ordre de 1000), les méthodes classiques de programmation quadratique tel que les méthodes quasi-Newton (Murtagh and Saunders, 1978) ou les méthodes du point intérieur (Vanderbei, 1999), peuvent être utilisées. Si par contre le nombre d'exemples est important (le cas habituel), des méthodes d'optimisation sont indispensables pour résoudre le problème en un temps acceptable.

En pratique, quand *n* est élevé, deux problèmes se posent : premièrement la taille de la matrice du noyau qui devient insupportable par la mémoire principale, deuxièmement le temps de recherche des α_i optimaux est exhaustif. Pour résoudre ces problèmes, plusieurs méthodes ont été développées.

La méthode de shnuking (Osuna et al., 1997), effectue l'entrainement sur un nombre limité d'exemples, choisis par une heuristique (Cristianini and Shawe-Taylor, 2000; Schölkopf et al., 2002), puis ajoute itérativement les autres jusqu'à atteindre l'hyperplan optimal. Parmi les implémentations classiques de cette méthode on trouve le SVMlight.

La méthode SMO (sequential minimal optimisation), est la méthode la plus utilisée actuellement, elle consiste à optimiser à chaque itération, deux α_i conjointement.

II.7.1 Optimisation séquentielle minimale

d'optimisation séquentielle optimale (SMO) a été proposé premièrement par Platt et all en 1999 (Platt, 1998), c'est l'algorithme le plus utilisé actuellement pour les problèmes de grande taille. Cet algorithme pousse la décomposition des α_i son maximum : à chaque itération, uniquement deux multiplicateurs de Lagrange α_i du problème dual sont optimisés. En effet, la première contrainte du problème de l'équation (2.53) implique que le plus petit nombre de α_i qui peuvent être optimisés conjointement est de 2. À Chaque fois qu'un multiplicateur est mis à jour, un autre multiplicateur au moins doit être ajusté afin de maintenir la contrainte satisfaite. Le point fort de l'algorithme est que l'optimisation des deux multiplicateurs choisis se fait analytiquement, ce qui réduit onsidérablement le temps d'entrainement. En plus, l'algorithme ne fait aucune opération matricielle et n'a pas besoin de maintenir la matrice du noyau en mémoire.

Plusieurs optimisations peuvent être ajoutées à l'algorithme pour l'accélérer davantage. Premièrement, la matrice du noyau K peut être gérée par une méthode de cache tel que LRU (least recently used) pour garder une simple partie de la matrice en mémoire et mettre à jour uniquement les entrées les plus anciennes. Selon (Flake and Lawrence, 2000) cette technique

peut garantir de trouver jusqu'à 80 % des éléments dans une cache d'une taille de 10 % de la matrice *K*.

Même pour la fonction $f(x_i)$ calculée plusieurs fois, elle peut être mise en cache aussi par un traitement pareil. Les auteurs de (Schwenker, 2001) proposent de larguer les exemples dont les multiplicateurs correspondants atteignent leurs limites supérieures ou inférieures (0 ou C), au cours de progression de l'algorithme. L'idée consiste à écarter les exemples xi dont les $\alpha_i = 0$, au cours de progression de l'algorithme puisque ce sont uniquement les exemples avec $\alpha_i \neq 0$ qui influencent la solution finale.

De la même manière l'algorithme SMO est utilisé pour implémenter la régression et la SVM mono classe, les détails de ces variantes peuvent être trouvés dans (Cristianini and Shawe-Taylor, 2000; Schölkopf et al., 2002).

Divers packages d'implémentation du SMO peuvent être trouvés dans la littérature, particulièrement LIBSVM (Chang and Lin, 2011) et SVMTORCH.

La parallélisation de l'algorithme SMO peut l'accélérer considérablement dés lors qu'il utilise lui même une subdivision du problème dual en de plus petits problèmes. Les auteurs de (Cao et al., 2006) proposent un algorithme qui subdivise l'ensemble d'entrainement en des petites partitions traitée chacune par un processeur différent.

II.8 Tuning de modèle

L'apprentissage supervisé effectué par la méthode SVM utilise une partie de l'ensemble d'exemples d'un espace, pour calculer un modèle de décision qui sera généralisé sur l'ensemble de tous les exemples de l'espace. Il est très important d'avoir des mesures permettant de qualifier le comportement du modèle appris sur les exemples qui ne sont pas utilisées lors de l'entrainement. Ces métriques sont calculées soit sur les exemples d'entrainement eux mêmes ou sur des exemples réservés à l'avance pour les tests.

II.8.1 Taux de reconnaissance

La métrique intuitive utilisée est la précision du modèle appelée aussi le taux de reconnaissance. Elle représente le rapport entre le nombre d'exemples correctement classés et le nombre total d'exemples testées. L'équation (2.54) donne la formule utilisée.

$$P = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N} L(y_i, \hat{f}(x_i))$$

Avec

$$L = \begin{cases} 1 \; si \; y_i = \hat{f}(x_i) \\ 0 \; si \; non \end{cases}$$

Généralement, la précision est donnée sous forme de pourcentage ce qui nécessite de multiplier la précision de l'équation 2.54 par 100.

II.8.2 Matrice de confusion

La mesure précédente donne le taux d'erreurs commises par le modèle de décision obtenu (100 – précision), mais ne donne aucune information sur la nature de ces erreurs.

Dans la plupart des cas d'application, il est très important de connaître la nature des erreurs commises. Par exemple, lors de l'utilisation d'un modèle de décision pour des objectifs médicaux,

Considérer un échantillon non cancéreux alors qu'il l'est, est beaucoup plus grave de considérer un échantillon cancéreux alors qu'il ne l'est pas.

Dans le cas de classification binaire, le résultat de test d'un modèle peut être une possibilité parmi quatre :

$$\begin{cases} \hat{f}(x_i) = +1 \; et \;\; y_i = +1 \; Correcte \; positive \\ \hat{f}(x_i) = +1 \; et \;\; y_i = -1 \; Fausse \; positive \\ \hat{f}(x_i) = -1 \; et \;\; y_i = -1 \; Correcte \; négative \\ \hat{f}(x_i) = -1 \; et \;\; y_i = +1 \; Fausse \; négative \end{cases}$$

Si le modèle donne une classe positive pour un exemple d'une classe positive, on dit que c'est une classe correcte positive (CP). Si par contre l'exemple appartient à la classe négative on dit que c'est une classe fausse positive (FP). Si le modèle donne une classe négative pour un exemple d'une classe négative, le résultat est une classe correcte négative (CN), si, par contre, la classe de l'exemple est positive le résultat est qualifié de classe fausse négative (FN).

La matrice de confusion (table 2.1) est une matrice qui contient en lignes les observations y, et en colonnes les prédictions $\hat{f}(x)$. Les éléments de la matrice représentent le nombre d'exemples correspondants à chaque cas.

Observation (y)	**Prédictions (*f*)**	
	+1	-1
+1	CP	FN
-1	FP	CN

Tableau II.2 Matrice de confusion pour la classification binaire

Un modèle sans erreurs aura ses résultats concentrés sur la diagonale de sa matrice de confusion (CP et CN). Dans le cas multi classe la matrice sera plus large avec les classes possibles au lieu

des deux classes +1 et -1. La précision P du modèle peut être calculée à partir de la matrice de confusion comme suit :

$$P = \frac{CP + CN}{CP + FP + CN + FN}$$

Deux autres mesures sont utilisées dans la littérature : la sensitivité Sv et la spécificité Sp. La sensitivité représente le rapport entre les observations positives correctement prédites et le nombre des observations positives, et la spécificité représente le rapport entre les observations négatives correctement prédites et le nombre total des observations négatives (équation 2.57).

$$\begin{cases} S_v = \dfrac{CP}{CP + FN} \\ S_p = \dfrac{CN}{CN + FP} \end{cases}$$

Une autre métrique calculée à base de la sensitivité et la spécificité est utilisé par les auteurs de (Hoff et al., 2008). C'est la moyenne harmonique (équation 2.58).

$$Moyenne\ harmonique = \frac{2 \times S_v \times S_p}{S_v + S_p}$$

II.9 Évaluation du modèle

La qualité d'un modèle de décision obtenu par la méthode SVM dépend de plusieurs paramètres, à savoir le paramètre de pénalisation sur les multiplicateurs de Lagrange *C*, le noyau utilisé et ses paramètres (σ dans le cas des noyaux radial et projective) et les exemples utilisés pour l'entrainement (les vecteurs supports).

Le choix des valeurs de ces paramètres se fait actuellement à travers plusieurs essais et évaluation pour atteindre des performances satisfaisantes du modèle. Les paramètres (C^*, K^*, σ^*) optimaux pour un modèle donné sont les paramètres qui lui permettent de donner une précision de 100%

Cette situation serait idéale si l'ensemble des exemples représentait parfaitement l'ensemble de tous les exemples possibles. Le modèle appris peut donner une très grande précision face aux exemples d'entrainement, mais se comporte très mal avec les nouveaux exemples.

Cela représente un phénomène très connu en apprentissage qui est le sur-apprentissage ou l'apprentissage par coeur. Le sur-apprentissage donne, généralement, des modèles à faible capacité de généralisation, et par conséquent la mesure de précision n'est pas suffisante pour qualifier les performances d'un modèle. Les méthodes d'évaluation permettent de tirer des conclusions sur le comportement d'un modèle face à tout l'espace d'exemples en limitant

l'influence des exemples d'entrainement et du bruit qui peut y exister (erreurs d'étiquetage, erreurs d'acquisition, ...) et leur ordre sur le modèle appliquer.

II.9.1 Réglage du *C* « chemin de régularisation »

Outre le choix du noyau, l'autre hyperparamètre à régler dans les SVM est le terme d'équilibrage *C*. Une méthode classique mais couteuse consiste à faire de la validation croisée sur une grille prédéfinie de valeurs de *C* candidates. Il existe une alternative particulièrement élégante : la technique du chemin de régularisation qui permet de calculer, pour un cout algorithmique analogue à celui du calcul d'une seule solution, un ensemble de solutions possibles pour un ensemble de valeurs de *C* remarquables.

En effet, la formulation duale des SVM est un programme quadratique paramétrique en fonction de *C*. Connaissant une solution pour un C_0 donnée, on peut montrer que cette solution varie linéairement lorsque *C* varie dans un voisinage de C_0. Afin d'illustrer ce fait et pour simplifier les calculs on considère le problème sans biais en posant $\lambda_0 = \frac{1}{C_0}$. La fonction cout à minimiser s'écrit :

$$J(f, \lambda_0) \sum_{i=1}^{n} h\big(y_i, f(x_i)\big) + \frac{\lambda_0}{2} \|f\|_H^2$$

Où $h\,(z) = \max(1 - z, 0)$ désigne la fonction charnière représentée figure 4. La solution f_0 de ce problème est caractérisée par $0 \in \partial_f J\,(f_0)$ ou $\partial_f J(f_0)$ désigne le sou différentiel du cout au point f_0 La sous différentielle de J par rapport f dépend des trois ensembles d'indice $I_0, I_\alpha, et\ I_1$ et s'écrit :

$$\partial_f\, J(f, \lambda_0) = \left\{ \sum_{i \in I_\alpha} \alpha_i y_i K(x_i, *) - \sum_{i \in I_1} y_i\, K(x_i, *) + \lambda_0\, f(*) \right\}$$

Avec αi ∈] − 1, 0[, le sou différentiel de la fonction h(z) au point z= 1. On considère maintenant λ_n un élément du voisinage de λ_0 pour lequel les ensembles $\mathrm{I}_0\,, I_\alpha, and\ I_C$ demeurent inchangés à l'optimum. En particulier aux points $\mathrm{x}_j\,, j \in I_\alpha\ \big(f_0\,(x_i) = y_j\big)$: $\partial_f J(f)(x_i) = 0$. . En écrivant ces équations puis en en faisant la différence on obtient :

$$\sum\nolimits_{i \in I_\alpha} \alpha_{i0} y_i K\big(x_i, x_j\big) = \sum\nolimits_{i \in I_1} y_i K\big(x_i, x_j\big) - \lambda_0 y_i$$

$$\sum\nolimits_{i \in I_\alpha} \alpha_{in} y_i K\big(x_i, x_j\big) = \sum\nolimits_{i \in I_1} y_i K\big(x_i, x_j\big) - \lambda_n y_i$$

$G(\alpha_n - \alpha_0) = (\lambda_0 - \lambda_n) y$ Avec $G_{ij} = y_i K(x_i, x_j)$

Cette dernière équation nous permet de faire apparaître l'évolution linéaire de la solution lorsque λ varie puisque

$$\alpha_n = \alpha_0 + (\lambda_0 - \lambda_n)\, d \text{ Avec } d = G^{-1}y$$

Pour une valeur critique de λ les ensembles $I_0, I_\alpha \; et \; I_1$ changent, la matrice G change aussi ainsi que le vecteur d.

L'ensemble de toutes les valeurs critiques de λ et les solutions α associées forment un chemin de régularisation que l'on peut initialiser pour des valeurs très grandes de λ avec tous les points lorsque les deux classes sont équilibrées et qui évolue lorsque λ décroît en éliminant ou échangeant des exemples.

II.9.2 Méthode HoldOut

La méthode HoldOut suppose que les exemples disponibles couvrent suffisamment tout l'espace d'exemples. Elle consiste à diviser l'ensemble des données en deux parties, la première partie est utilisée pour l'apprentissage et la deuxième pour la validation (test). Le test du modèle obtenu sur la partie de test permet de donner une idée sur son comportement en dehors des exemples d'entrainement et éviter le phénomène de sur-apprentissage. Le modèle qui maximise la précision pour tout l'espace d'exemple est donc celui qui la maximise pour la partie de test du fait que cette partie représente la majorité de l'espace.

Une question importante qui se pose pour cette méthode est comment choisir les deux parties, puisque ce choix a une grande influence sur la qualité du modèle. Le pire est de mettre les exemples positifs dans une partie et les exemples négatifs dans l'autre.

La division des données est une division aléatoire, est représentée comme un pourcentage de données pour la validation de modèle.

II.9.3 Validation croisée (cross validation)

Pour minimiser l'influence du choix du partitionnement de l'ensemble des exemples, la validation croisée subdivise l'ensemble d'entrainement initial en k sous ensemble disjoints D_1, D_2, …D_k. De même taille. L'entrainement et le test sont effectués k fois. A l'itération i le sous-ensemble Di est réservé pour le test et le reste des exemples sont utilisés pour entrainer le modèle. La précision finale du modèle est égale à la moyenne des k précisions de test.

II.10 Conclusion :

L'idée principale des SVM consiste à projeter les données dans un espace de plus grande dimension appelé, espace de caractéristiques ,an que les données non linéairement séparable dans l'espace d'entrée deviennent linéairement séparables dans l'espace de caractéristiques .En appliquant dans cet espace la technique de construction d'un hyperplan optimal séparant les deux Classes, on obtient une fonction de classification qui dépend d'un produit scalaire des images des données de l'espace d'entrée dans l'espace des caractéristiques. Ce produit scalaire peut être exprimé ,sous certaines conditions ,par des fonctions dénués dans l'espace d'entrée, qu'on appelle les noyaux. Ce multiple choix de noyaux rend les SVM plus intéressant et surtout plus riches puisqu'on peut toujours chercher de nouveaux noyaux qui peuvent être mieux adaptés à la tâche qu'on veut accomplir.

Chapitre III

Partie expérimentale

Cette partie de mémoire donné d'abord une introduction générale au processus de planification d'expérience et au vocabulaire de base, nous présentons le processus de préparation de la matière et de l'équipement nécessaire à l'expérience, c'est aussi une introduction générale à la méthode de conception expérimentale du logiciel MODDE, qui utilise une méthode de recherche basée sur le plan expérimental pour réaliser l'expérience.

Nous avons également introduit le protocole expérimental permettant d'étudier la cinétique de séchage du chlorhydrate de Terbinafine et l'influence des paramètres (puissance, épaisseur, temps) sur le séchage par micro-onde de cette poudre. Ensuite, nous avons employé les données obtenues dans la partie de plans d'expérience pour la modélisationpar Machine à vecteurs de support (SVM) et par plan d'expérience.

Contribution A

III.A.1 Introduction

Le but de cette étude est d'estimer les effets des facteurs identifiés par les physiciens comme potentiellement influents, et d'identifier les factures qui ont un impact statistiquement significatif sur les performances observer.

L'interaction sera également observée pour compléter une estimation de l'influence moyenne des facteurs. La réponse de cette étude a été déterminé comme étant le temps requis pour que l'ingrédient actif séché dans champ d'expérience.

III.A.2Application de la méthode de plan d'expérience

Nous utilisons une conception expérimentale pour quantifier les effets de la puissance, de l'épaisseur, de la teneur en eau et de la qualité variables. Tous les plans d'expérimentation et l'analyse statistique des résultats sont complétés par le logiciel MODDE (version 6).

MODDE est un logiciel basé sur Windows utilisé pour définir, analyser et optimiser des conceptions expérimentales dans un produit convivial. Le logiciel est conçu pour les techniciens et les ingénieurs de tous horizons. Il existe une dépendance fondamentale entre les objectifs requis et la définition de la conception expérimentale.

Cependant, dans les deux cas, les étapes du processus sont exécutées dans un ordre similaire, à savoir :

- Objectifs et des réponses.
- Choix d'une stratégie expérimentale.
- Définition des facteurs.
- Définition du domaine expérimental.
- Expression du modèle.
- Construction du plan d'expérience
- Expérimentation.
- Analyse globale des résultats d'essais.
- Analyse mathématique des résultats d'essais.
- Analyse statistique du modèle.
- Analyse graphique du modèle.
- Validation du modèle et des informations obtenues.

III.A.2.1Définition des objectifs et des réponses

Comme nous l'avons vu dans l'introduction de ce chapitre, la conception expérimentale peut répondant à deux types de questions, la construction du plan est étroitement dépendante de objectifs attendus par conséquent, les objectifs de la recherche et les réponses observées avec précision doivent être déterminés.

III.A.2.1.1 Définition de l'objectif de l'étude

Il s'agit de la première étape du processus méthodologique, comprenant Décrivez le problème,enparticulier énoncez clairement les attentes pour l'événement expérimental.

III.A.2.1.2 Définition de la/les réponse(s) caractérisant l'objectif

L'estimation et la comparaison de l'influence des facteurs reposent sur l'analyse des résultats Un test qui représente une valeur de taille spécifique du terme planifié l'expérience a besoin de réponses. Modifier les paramètres de n'importe quel processus fait observer un ou plusieurs changements de réponse. La réponse de la recherche correspond à la traduction quantitative de la demande industriel, examinez attentivement les choix, les définitions et la méthode pour obtenir la réponse.

III.A.2.2 Choix d'une stratégie expérimentale

Le choix d'une stratégie expérimentale passe par l'évocation de la méthode à mettre en œuvre afin d'apporter des réponses aux questions que se posent les expérimentateurs. Parmi les différentes solutions possibles, on peut citer l'analyse données existantes, recherche un facteur à la fois et utilisation de modèles empiriques Rechercher des informations.

III.A.2.3 Définition des facteurs

Après avoir précisé les objectifs de la recherche et caractérisé leurs réponses, il est nécessaire pour définir les facteurs, c'est-à-dire les variables que l'expérimentateur utilisera créez une variante de la réponse de cette manière, qui passera maquette. (TableauIII.A.1)

TableauIII.A.1 La nature des différents Facteurs.

Nature	**Factures**
Qualitative	Le mode de séchage. La matière de support.
Quantitative	La puissance. L'épaisseur. La teneur en eau initiale. La masse initiale.

III.A.2.4 Définition du domaine expérimental

La définition du domaine expérimental **(Goupy, 99)** découle directement de l'étape précédente, à savoir de la définition des facteurs et de leurs niveaux et des contraintes relationnelles pouvant éventuellement exister entre les niveaux des facteurs.(Tableau III.A.2)

Tableau III.A.2 Domaine des facteurs étudiés.

Factures	**Unité**	**Domaine**

Puissance. La teneur en eau. Épaisseur	W % mm	[200,900]. 30%. [3,8].

III.A.2.5 Expérimentation

Cette partie rassemble les résultats d'une étude expérimentale effectuée au sein du Hall technologie, laboratoire de chimie 01 à université de Yahia Farés de Médéa. Les essais de séchage ont été conduits sur la poudre pharmaceutique la*TerbinafineHCl* réaliser sur le micro-onde domestique. Nous présenterons tout d'abord les caractéristiques de la poudre, puis nous détaillons les procédures expérimentales concernant les mesures de la teneur en eau de poudre à sécher, la détermination de la quantité d'eau évaporée, et étudié de la cinétique du séchage.

III.A.2.5.1 Séchage par Microonde (MO)

III.A.2.5.1.1Pourquoi les micro-ondes chauffent-elles ?

Le chauffage par Microonde est basé sur les caractéristiques d'interaction champ électrique et composition du produit. Nous l'avons mentionné dans le premier chapitre.

III.A.2.5.1.2 Le four à microonde

Le chauffage par Mo se rapporte à l'utilisation des ondes électromagnétiques afin de produire de la chaleur dans le matériel à sécher. Le fonctionnement d'un four à microonde est simple, l'énergie électrique apportée alimente le magnétron qui convertie l'énergie électrique en champ électromagnétique et par un guide d'onde (tube rectangulaire en métal), les ondes produites sont dirigées vers l'agitateur d'onde et pénètrent dans l'enceinte métallique où se trouve l'aliment à chauffer sur une plaque tournante, ce qui permet au produit alimentaire d'être exposé aux ondes qui pénètrent l'aliment pour atteindre les molécules d'eau (Mathavi, Sujatha et *al*.2013).

III.A.2.5.1.3 Principe du chauffage par microonde

Le chauffage par micro-ondes du produit est un procédé de "chauffage électrique" Direct". Dans ce type de chauffage, le produit constitue sa propre source de chaleur en traversé par le courant, cet échauffement est généralement dû à l'effet joule. Cependant, lors du traitement des produits dans un four à micro-ondes, la perte causée par l'effet joule par rapport au dégagement de chaleur, il peut être ignoré. Sous l'action des vagues les molécules électromagnétiques et polaires augmentent leur agitation, et l'absorption de ces ondes modifie leur énergie de rotation. Il semble donc y avoir des frictions entre eux moléculaire. Ces frottements provoquent une élévation de la température du produit. Par conséquent, l'énergie électromagnétique est convertie en énergie de vibration, énergie thermique **(Gould, 1999).**

III.A.2.5.1.4 Evolution d'un produit au cours d'un séchage aux MO

Evolution du produit lors du séchage micro-ondes Le comportement du produit pendant le processus de séchage MO peut être décrit en quatre étapes différentes :

- **La première étape ou "période d'ajustement initial » :** correspond à la conversion de l'énergie fournie au produit en chaleur sensible, ce qui entraînera une élévation rapide de la température, la vitesse de séchage est lente, la pression s'accumule à l'intérieur du produit et pousse l'eau à la surface.
- **La deuxième phase ou "période de mouvement de l'eau liquide":** pendant laquelle l'eau poussée par l'augmentation de la pression commence à s'écouler hors du produit. A ce moment, la pression interne du produit atteint la pression atmosphérique et sa température continue d'augmenter jusqu'au point d'ébullition.
- **La phase III ou « Constant Drying Rate Période »** : correspond à l'utilisation de l'énergie absorbée dans le produit pour évaporer l'eau. Selon le gradient de pression et de température, cette vapeur migre vers la surface.
- **Phase IV ou « période de taux de séchage réduit » :** au cours de cette dernière période, la puissance absorbée diminue et le produit perd l'essentiel de la Teneur en eau initiale. L'extension de cette phase peut conduire à dégradation du produit, car la quantité d'eau évaporée est faible, et la puissance L'absorption n'est utilisée que pour augmenter la température du produit.

III.A.2.5.1.5 Les principaux avantages de la technique du séchage par (*Mo*)

- Gain de temps
- Sélectivité.
- Amélioration de l'efficacité du séchage.
- Réduction maximale de la consommation d'énergie suite à la spécificité de l'action des radiations MO.
- Facilité d'utiliser.
- Haut rendement.
- Combinaison avec d'autres méthodes de séchage.

III.A.2.5.2 Matériel Utilisé

- **Balance « Denver Instrument »**

  - Capacité (g) :210.
  - Lisibilité (g) : 0,0001.
  - Répétabilité (g) :0,0001.
  - Unités de pesée :g, ou, GN, ct, lb, tael.
  - Type d'étalonnage :Externe.
  - Alimentation :(VCA) 115.
  - Description : Balance analytique de la série Timberline 210 G x 0,1 mg, 115 V.

- **Micro-ondes « Condor CMW_A3101 »**

- Volume de cavité : 31 litres.
- Type de commandes : Tactile.
- Puissance électrique (watt): 1200.
- Poids (kg): 13.1.
- Dimensions (cm): 51.5 x 30.4 x 37.5.

o **La verrerie de type A**

- Bécher.
- Verre de montre.
- Spatule.
- Pipette.

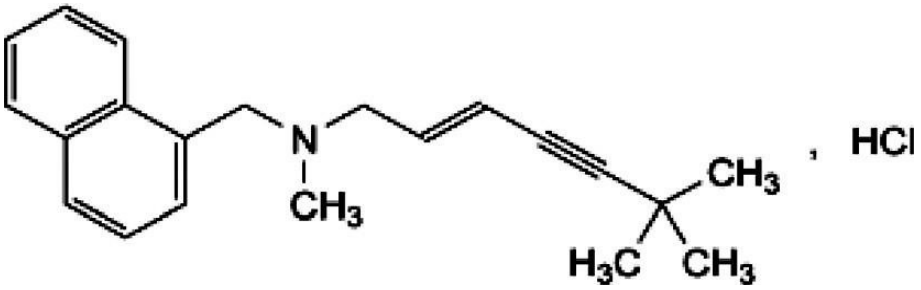
III.A.2.5.3Produit utilisé

III.A.2.5.3.1Indication et utilisation chimique de TerbinafineHCL

Est utilisé pour traiter les infections champignons de la peau et des ongles causé par des dermatologues, tel que Trichophyton,Microsporum canis et Epidermophyton floculant. Avant de commencer le traitement par le Terbinafine HCl, vous devez prendre échantillons d'ongles ou de peau pour analyser en laboratoire pour confirmer diagnostiquer une onychomycose ou une dermatophytose.

III.A.2.5.3.2 Description de la molécule

La formule moléculaire du chlorhydrate de Terbinafine est C21H25N.HCL de masse moléculaire 327.90g/mol.



FigureIII.A.1 La structure chimique de TerbinafineHCl.

La nomenclature de la TerbinafineHCl peut être commun et symbolisée par : DCI Terbinafine, ou alors chimique comme suite : chlorhydrate de(E)_N_(6,6_diméthyle_2_hepten_4_inyl) _N_méthyl_1_naphtaléne_méthanamine

III.A.2.5.3.3 Propriétés physico-chimiques

Sont illustrés dans le tableau suivant**(HADDAD, YAYOUAZ ,2008) :**

Tableau III.A.3 Les propriétés physico-chimiques de Terbinafine HCl.

Les critères	**Détermination**

Aspect visue	Fine poudre cristalline blanche ou blanche cassé.
Point de fusion	Il est d'environ 195 et 198 oc à 205°C.
PKa	7,10.
Le point de solutions dans un mélange de méthanol et l'eau	0,5% à 4 :6(v/v) et 4 :7 à 25°C
La solubilité dans l'eau	0,63%
La solubilité dans chloroforme.	>2%
La solubilité	Peu soluble ou très plus soluble dans l'eau. Facilement soluble dans l'éthanolanhydre et dans méthanol. Peu soluble dans l'acétone

III.A.2.5.3.4 Classe pharmaco thérapeutique

Anti fongique orale et dermique.

III.A.2.5.4.Expérimentale protocole

Tous les expériences ont été réalisé 3 fois un taux d'humidité de 30% de la poudre *TERBINAFINEHCl*a été obtenu à partir de l'ajoutant de l'eau, après l'homogénéisation de la poudre dans le processus de mélange, nous avons une mélange de demi-pâte facile à contrôler, nous avons formé le mélange en trois épaisseurs3mm,5mm et 8mm, ensuite, nous avons appliqué le processus de la perte à la dessiccation, pour mesurer le contenu en taux d'humidité nous avons appliqué l'équation suivant, la procédure de l'échantillon a été mené de chaque 10 secondes jusqu'à stabilité de la masse.

$$H_t\% = \frac{m_i - m_t}{m_i} \times 100$$

Avec $m_i$est la masse initiale, m_t est la masse séchée, le taux d'humidité est transféré en teneur en eau réduite *MR*.

$$MR = \frac{M_t - M_e}{M_0 - M_e}$$

Avec $M_t = 1 - H_t$, $M_0 = 1, M_e$ Est taux d'humidité à l'équilibre.

III.A.2.6 Cinétiques de séchage

L'objectif de cette partie est d'étudier l'influence de quelques paramètres tels que, la puissance de microonde et l'épaisseur de mélange(TERBINAFINE HCl) sur la cinétique de séchage, afin de déterminer les meilleures conditions de séchage.

Lors d'une expérience de séchage, avant l'introduction de la poudre dans le séchoir, celui-ci est préalablement lavé et stérilisé.

Influence de l'épaisseur

Pour étudier l'influence de l'épaisseur de mélange (*TERBINAFINE HCl*) introduite dans microonde, on fait trois expériences comme indiqué ci-dessous (Figure III.A.2) :

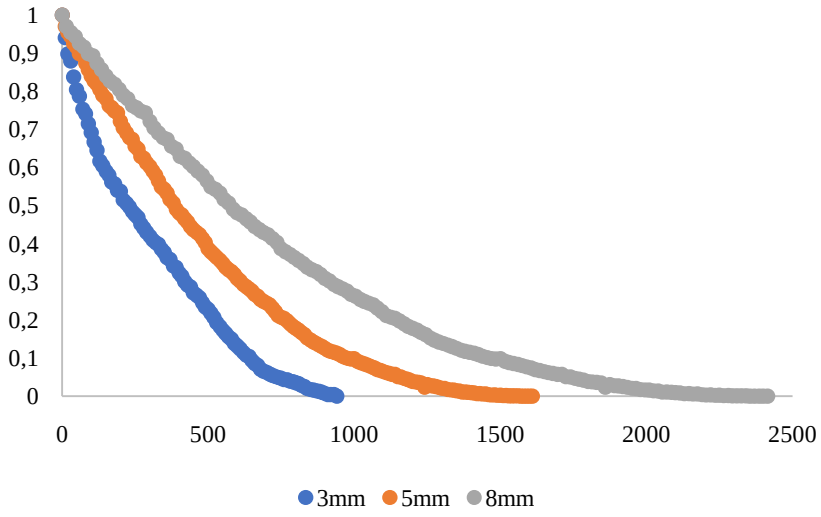


Figure III.A.2 L'influence de l'épaisseur sur le séchage par microonde.

Influence de puissance

Une série d'expériences ont été réalisées pour étudier l'influence des puissances sur la cinétique de séchage pour la poudre*TERBINAFINE HCl*. Nous avons fait varier ces puissances entre 300 et 900W et fixer les autres conditions. Les résultats sont présentés sur la figure(III.A.3) suivant :

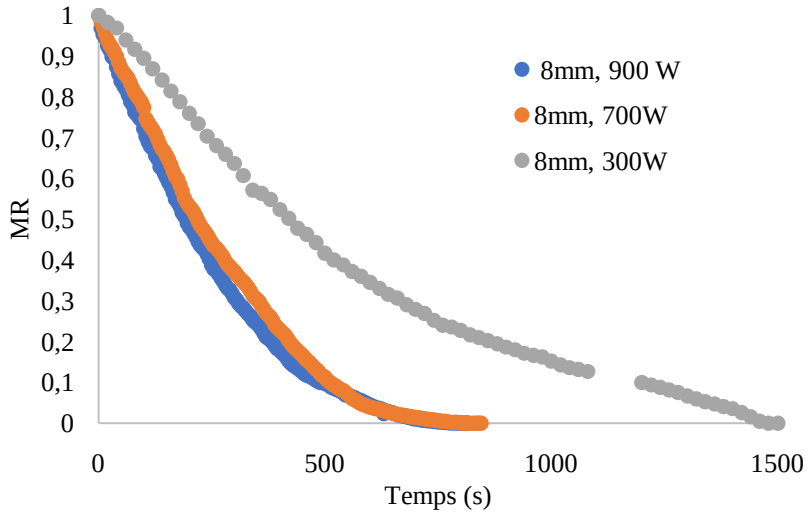


Figure III.A.3 résultats de puissance sur le temps de séchage.

III.A.2.7 Analyse globale des résultats d'essais

Chacun des essais a été réalisé 3 fois. Les valeurs relevées lors des mesures étant des valeurs particulières de variables aléatoires, en présence d'une valeur suspecte, l'essai est réalisé de nouveau et la valeur suspecte est écartée. Les résultats des 84 essais de la matrice d'expériences sont présentés dans le tableau (III.A.4). Le tableau (III.A.5) présente les résultats de modèle empirique

Tableau III.A.4 : Résultats d'essais.

Essais	Puiss (w)	Ép (mm)	Drying final Time (s)
1	200	3	940
2	200	5	1580
3	200	8	2385
4	300	3	860
5	300	5	1060
6	300	8	1420
7	400	3	620
8	400	5	860
9	400	8	1260
10	500	3	420
11	500	5	595
12	500	8	895
13	600	3	360
14	600	5	520
15	600	8	795
16	700	3	330
17	700	5	500
18	700	8	710
19	800	3	310
20	800	5	430
21	800	8	605
22	900	3	*300*
23	900	5	400
24	900	8	520

Tableau III.A.5 Les résultats de modèle Empirique.

Essais	Temps finals de séchage expérimentale (s)	Temps finals de séchage calculer (s)
1	940	1154.56
2	1580	1516.68
3	2385	2059.87
4	860	813.118
5	1060	1135.59
6	1420	1619.3
7	620	551.513
8	860	834.337
9	1260	1258.57
10	420	369.741
11	595	612.915
12	895	977.677
13	360	267.801
14	520	471.326
15	795	776.613
16	330	245.695
17	500	409.57
18	710	655.382
19	310	303.422
20	430	427.646
21	605	613.983
22	300	440.981
23	400	525.556
24	520	652.418

III.A.2.8 Analyse statistique du modèle

L'analyse statistique a été réalisée en trois parties. Tout d'abord les modèles ont été analysés dans leur globalité afin de vérifier si l'hypothèse choisie en retenant des modèles de forme quadratique a bien été validée. Ensuite une analyse statistique des éléments des modèles a été menée dans le but d'identifier le meilleur sous modèle pour chacune des

réponses. Enfin, nous avons vérifié la normalité de la distribution des résidus pour le modèle retenu.

III.A.2.8.1 Analyse statistique globale des modèles

L'analyse de la variance (ANOVA) permet d'étudier le comportement d'une variable quantitative et à expliquer en fonction d'une ou de plusieurs variables nominales catégorielles, cette analyse donne les résultats présentés en tableau (III.A.6).

Nous obtenons pour la réponse une valeur nul de *P* ce qui conforte l'hypothèse de l'utilisation des modèles quadratiques pour modéliser la réponse.

Tableau III.A.6 Résultat statistique de modèle.

Final Time of dry	**DF**	**SS**	**MS**	**F**	**P**	**SD**
			(Variance)			
Total	27	2.19144e+007	811646			
Constant	1	1.63645e+007	1.63645e+007			
Total Corrected	26	5.54999e+006	213461			462.019
Regression	4	5.2454e+006	1.31135e+006	94.716	0.000	1145.14
Residual	22	304592	13845.1			117.665
Lack of Fit	19	297362	15650.7	6.49479	0.074	125.103
(Model Error)						
Pure Error	3	7229.17	2409.72			49.0889
(ReplicateError)						
N = 27	Q2 =	0.875	Cond. no. =	3.1963		
DF = 22	R2 =	0.945	Y-miss =	0		
	R2 Adj. =	0.935	RSD =	117.6651		

Avec DF dégrée de liberté. SS (Sum Square) La somme des carrés des écarts SCE. MS (Mean Square) carré des moyennes ou CM. F teste de fisher. P-Value, SD écart type.

Les qualités descriptives (R^2ajusté) et prédictives (Q^2) ont été calculées pour ces modèles et sont fournis dans le tableau (III.A.7).

Tableau III.A.7 Liste de sommaire statistique

Les paramètres statistiques	
R^2	0.945
R^2 Ajusté	0.935
Q^2	0.875
Validité de modèle	0.349
Reproductibilité	0.988

III.A.2.8.2 Analyse statistiques des coefficients du modèle

L'analyse mathématique consiste essentiellement à identifier lescoefficients des modèles à partir des résultats des *24*expériences réalisées. L'application de la méthode des moindres

carrés sur les résultats d'essais a permis d'obtenir les 4 coefficients de modèle, fournis en table (III.A.8).

Tableau III.A.8 Coefficients de modèles

Final Time of dry	Coeff. SC	Std. Err.	P	Conf. int()
Constant	598.479	33.1112	1.09249e-014	68.6687
Pui	-558.726	36.3493	3.00135e-013	75.3841
Epa	262.968	27.0158	1.9675e-009	56.0276
Pui*Pui	437.985	61.5271	3.87277e-007	127.6
Pui*Epa	-214.14	43.8619	7.01122e-005	90.9644
N = 27	Q2 =	0.875	Cond. no. =	3.1963
DF = 22	R2 =	0.945	Y-miss =	0
	R2 Adj. =	0.935	RSD =	117.6651
			Conf. lev. =	0.95

A chaque itération, l'analyse de variance permet d'identifier l'élément du modèle dont l'influence est la moins importante c'est-à-dire pour lequel *P* est le plus élevé. Il est alors possible d'éliminer ce terme du modèle. Le tableau (III.A.8) représente les coefficients scalaires de notre modèle après le traitement.

III.A.2.9 Analyse graphique du modèle

III.A.2.9.1 Courbe de criblage

La valeur élevée du coefficient de détermination R²ajusté associée aux modèles de Temps se traduit par des graphiques d'adéquation, fournis en figure (III.A.4), sur lesquels l'alignement des nuages de points est très proche de la première bissectrice.Les parcelles avec les points proches d'une droite indiquent de bons modèles.

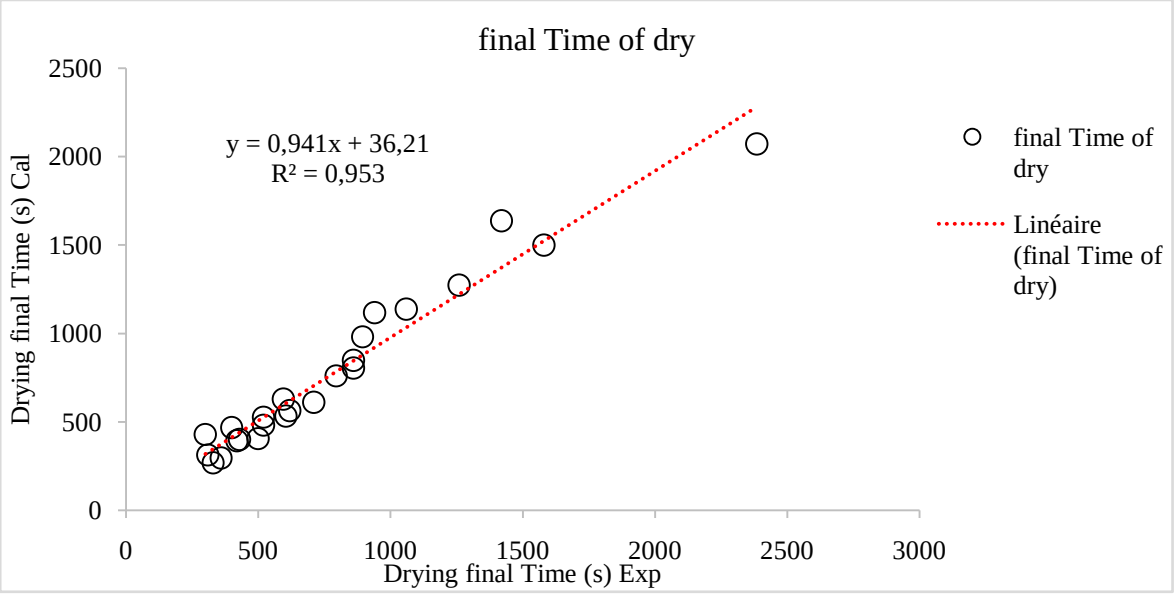


Figure III.A.4 Corrélation entre les valeurs prédites et de l'expérience.

III.A.2.9.2 Résumé de l'ajustement (Les statistiques sommaires)

Le résumé de l'ajustement page de l'assistant d'analyse fournit un résumé des bases statistiques du modèle, donnée par la figure (III.A.5) :

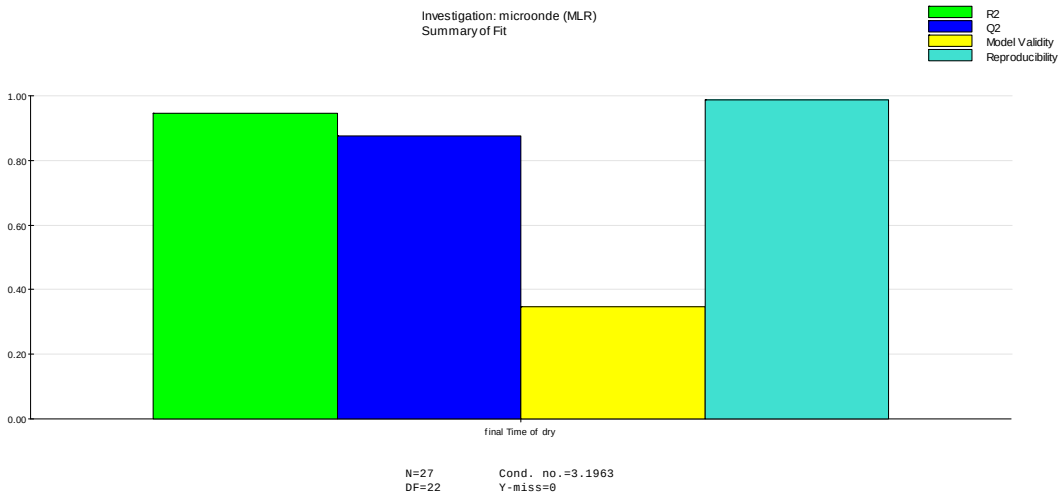


Figure III.A.5 Résumé de l'ajustement de MODDE®.

III.A.2.9.3 Représentation graphique des surfaces de réponses

Les surfaces de réponses peuvent présenter les variations des réponses en fonction de seulement 2 facteurs à la fois, les autres facteurs étant réglés sur une valeur fixe en notre cas réglés à milieu de domaine, la figure (III.A.6) représentent la surface de réponse a différent facteur.

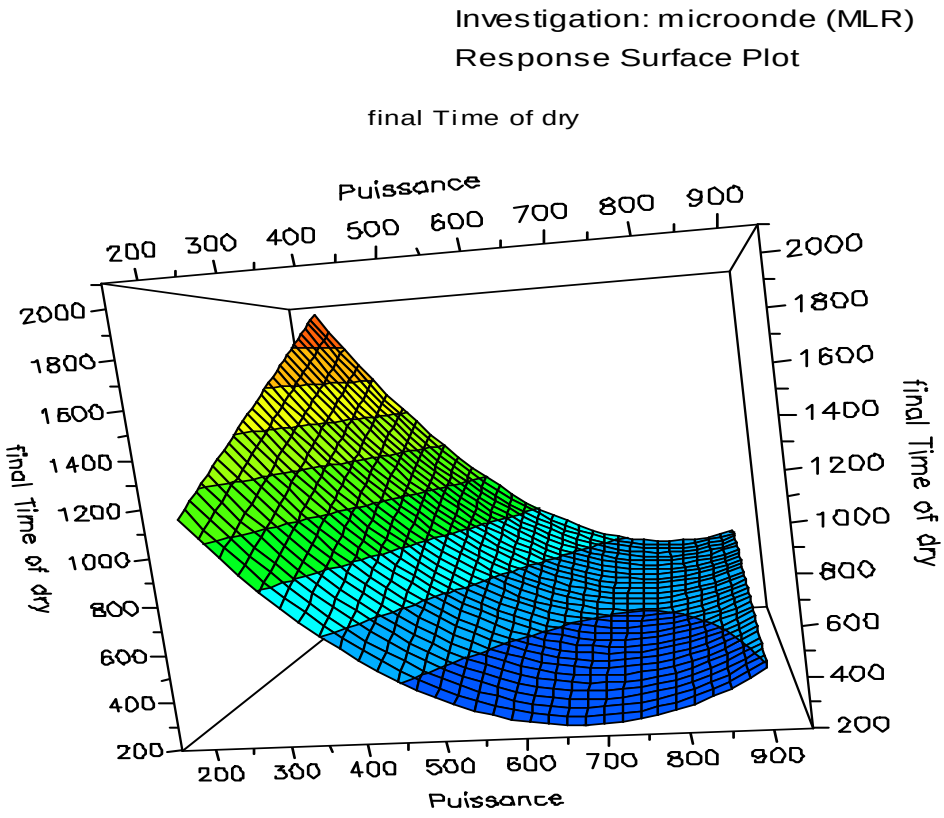


Figure III.A.6 Surface de réponse T et P en fonction de temps à 15% X_0 et 1.

III.A.2.9.4 Représentation graphique de l'effet des facteurs

Le modèle présenté sur l'équation (II A.1) exprime le temps de séchage en fonction de treize facteurs et interaction entre facteurs. L'effet de ces interactions est présenté sur la figure III.A.7

$$Temps\ finale\ de\ séchage = 1239.19 - 4.183\ Pui + 239.79\ Eps + 0.0035\ Pui^2 - 0.24 Pui \times Eps$$

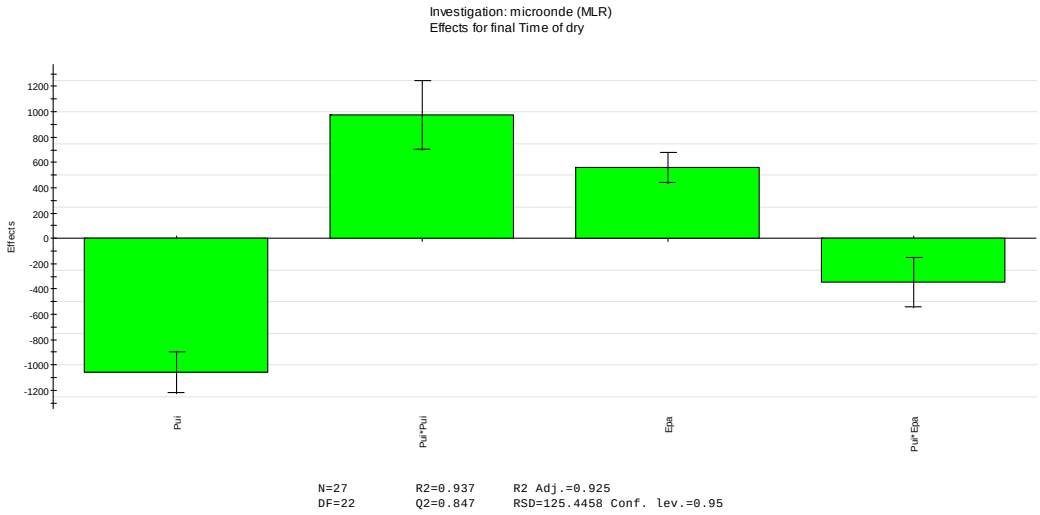


Figure III.A.7 Effets des facteurs sur les réponses.

D'après la figure (III.A.7), nous notons que la force a un effet négatif sur le temps de séchage, c'est-à-dire que plus la force est grande, plus le temps est court. Et on note également que l'épaisseur a un effet positif sur le temps de séchage, c'est-à-dire que plus l'épaisseur est élevée, plus le temps de séchage est long.

III.A.2.9.5 Courbes iso-réponse

La figure (III.A.8) montre les variations des facteurs sur la réponse et monte les minimas locaux de chaque répartition.

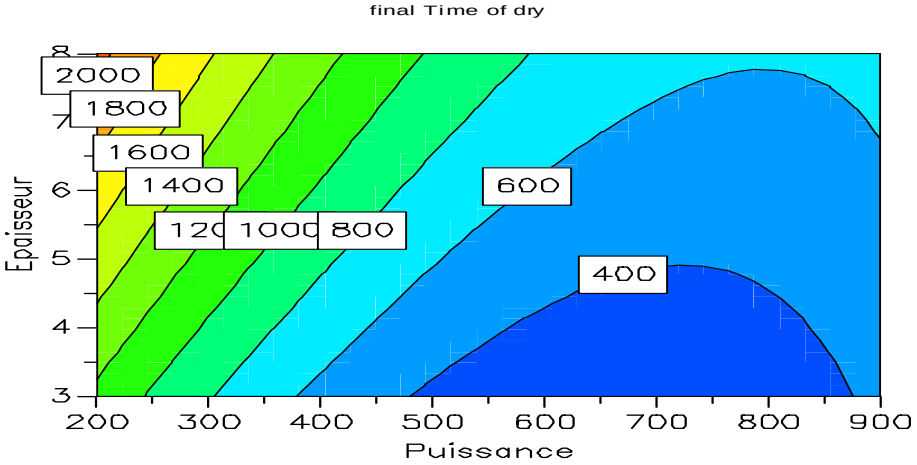


Figure III.A.8 Courbes iso-réponse.

III.A.3 Calcules les coefficients de diffusioneffective (Deff)

Le séchage est une opération complexe incluant des phénomènes simultanés de transfert de chaleur et de masse, ainsi que des transformations physiques ou chimiques, qui peuvent causer des changements dans la qualité des produits. Les changements physiques qui peuvent survenir incluent des modifications géométriques (retrait), le gonflement, la cristallisation et des transitions vitreuses. Dans certains cas, des réactions chimiques ou biochimiques désirables ou indésirables peuvent se produire, entraînant des changements dans la couleur, la texture, l'odeur, ou d'autres propriétés du produit solide.

Le séchage résulte de la vaporisation de l'eau initialement à l'état liquide, en fournissant de la chaleur au produit initialement humide, la chaleur peut être fournie par convection (séchoirs directs), par conduction (séchoirs contacts ou séchoirs indirects), par rayonnement.

Le transport de l'humidité à l'intérieur du solide peut se produire par l'un ou plusieurs des mécanismes suivants de transfert de masse **(Mulet, 1994).**

- La diffusion du liquide, si le solide humide est à une température inférieure au point d'ébullition du liquide.
- La diffusion de vapeur, si le liquide se vaporise à l'intérieur du matériel.
- La diffusion de Knudsen, si le séchage s'effectue aux températures et aux pressions très basses, par exemple, dans le procédé de lyophilisation.
- La diffusion de surface (possible mais non prouvée).
- Les différences de pression hydrostatique, lorsque les taux de vaporisation interne ne dépassent pas le taux de transport de vapeur à travers le solide à l'environnement et que le gradient de la pression totale intervient comme force motrice du transfert de la matière (comparable au transfert de Darcy).

Le transport de l'humidité dans le produit dépend à la fois de la structure des pores. De nombreux modèles de transfert simultané de chaleur et de masse ont été développés pour le séchage. Ils sont basés soit sur le transfert d'humidité pour une diffusivité effective ou sur la séparation de la diffusion liquide et la diffusion vapeur. Une brève revue de ces modèles est présentée avec les hypothèses simplificatrices des modèles (**Srikiatden and Roberts, 2006)**.

III.A.3.1 Teneur en eau réduite

La teneur en eau des échantillons à tout instant t a été transformée en teneur en eau réduite (Darvishi et al., 2013) Cette dernière est calculée selon la formel (III.3.1).

$$M_R = \frac{M - M_e}{M_0 - M_e} \quad \text{(III.3.1)}$$

M, M_0, M_e sont les taux d'humidité du produit, respectivement à l'instant *t* , à l'équilibre et à l'instant initial (Charreau and Cavaille, 1991).

La teneur en eau réduite a été simplifiée par la formel (III.3.2) parce que M_e est relativement négligeable comparativement à M et M_0(Amadou, 2007)

$$M_R = \frac{M}{M_0} \quad \text{(III.3.2)}$$

III.A.3.2 La théorie diffusionnelle

La diffusivité dépend de nombreux facteurs comme la nature du solide et celle de l'humidité, le taux d'humidité et la température. Quand le solide est homogène et de forme régulière et, si l'on admet que la diffusivité est constante et qu'il y a équilibre immédiat de la surface du solide avec l'air de séchage, l'intégration de la formule (III.3.3) permet de calculer, pour la phase de séchage à vitesse décroissante, la variation du taux d'humidité en fonction du temps :

$$\overrightarrow{\varnothing_m} = -D_{eff}\, grad\, \vec{C} \quad \text{(III.3.3)}$$

$$M_R = \gamma \sum_{i=0}^{\infty} (2i+1)^{-2}\, exp\left[-(2i+1)^2 \pi^2 D_{eff}\ t/L^2\right] \quad \text{(III.3.4)}$$

Dans cette équation, *L* (m) est la longueur caractéristique du produit : le rayon pour une sphère ou l'épaisseur pour une plaque.

γ est un coefficient dépendant de la forme du produit $8/\pi^2$pour une plaque$6/\pi^2$pour une sphère,$M_R$la teneur en eau réduite.

$D_{eff}\,(m^2 s^{-1})$ Est la diffusivité effective de l'humidité dans la matière. Sa valeur est déterminée expérimentalement. Cette diffusivité est considérée comme effective car il n'est fait appel à aucune hypothèse pour expliquer le mouvement de l'humidité au sein du produit.

Lorsque le temps de séchage est suffisamment long, c'est-à-dire quand $M_R < 0.6$l'équation (III.3.5) peut être simplifiée car la série est pratiquement égale à son premier terme :

$$M_R = \gamma\, exp\left(\frac{\pi^2 D_{eff}\, t}{r^2}\right) \quad \text{(III.3.5)}$$

La deuxième équation de diffusion de Fick est utilisée pour calculer le coefficient de diffusivité effectif (Deff) en considérant une diffusivité d'humidité constante, une géométrie de dalle (épaisseur) e, et une distribution d'humidité initiale uniforme. L'équation mentionnée ci-dessus peut être exprimée sous la forme :

$$M_{\mathrm{R}} = \frac{M_t - M_e}{M_0 - M_e} = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(-(2n+1)^2 \frac{\pi^2 D_{eff}\, t}{e^2}\right) \quad \text{(III.3.5)}$$

Méthode de calcul « Dragonfly Algorithm Nonlinear Regression (DA_nlinfit) »

L'intelligence en essaim (SI) est un domaine d'étude proposé pour la première fois par Beni et Wang en 1989. L'étude vise à comprendre les différentes interactions entre les êtres vivants individuels qui peuvent entraîner une intelligence sociale. En conséquence, il simule et met en œuvre le comportement d'intelligence collective et sociale d'une population entière sur la base de règles découvertes entre une partie de la population. Tharwat et ses collègues ont résumé les principes de l'optimisation des essaims de libellules. L'ajustement de courbe est une technique d'analyse d'une courbe expérimentale, consistant à construire une courbe à partir de fonctions mathématiques et à ajuster les paramètres de ces fonctions pour se rapprocher de la courbe mesurée, on parle donc aussi de paramètres d'ajustement.

La technique des moindres carrés (Nlinfit MATLAB) nécessite les valeurs initiales des coefficients du modèle. Plus les valeurs initiales sont soigneusement sélectionnées, plus la technique mène rapidement et directement à la solution. Dans cette étude, des ajustements des coefficients (Deff, Ea. etc.) pour les modèles sélectionnés dans la littérature sont effectués à l'aide d'algorithmes de libellule pour obtenir des estimations initiales des paramètres. Pour éviter la convergence vers les minima locaux, l'optimisation utilisant l'algorithme de la libellule est effectuée 20 fois. L'ensemble des paramètres du modèle avec le meilleur ajustement est enregistré puis utilisé comme approximation initiale dans l'ajustement par les moindres carrés (fonction nlinfit MATLAB) avec l'utilisation de l'algorithme de Levenberg - Marquardt comme option de calcul. Dans les deux cas, l'Erreur RMSE a été utilisée comme fonction objectif à minimiser. Le figure III.A.9 est un résumé des étapes de la méthode proposée.

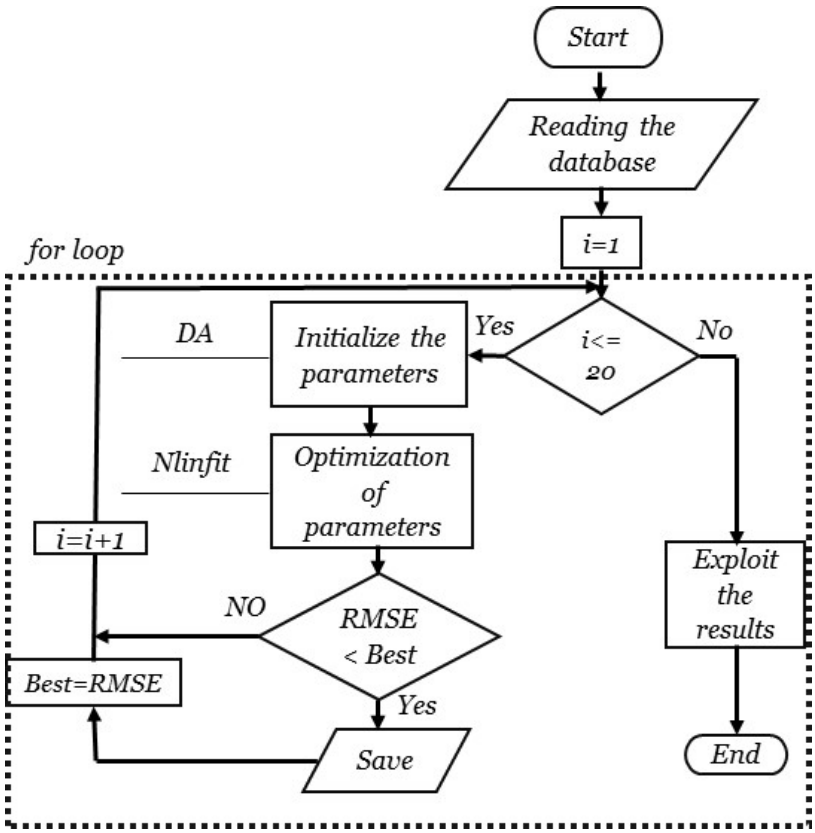


Figure III.A.9 Organigramme de l'algorithme d'optimisation utilisé dans ce travail.

Les données expérimentales obtenues dans cette étude sont utilisées pour calculer le coefficient de diffusivité effectif de la poudre pharmaceutique à l'aide des méthodes DA_Nlinfit.D'après letableau 4, on peut voir que Deff calculé par la deuxième loi de Fick prend des valeurs assez différentes selon les méthodes de résolution (DA_nlifit) pour toutes les données.

Tableau III.A.9 Résultats de calcule des coefficients de diffusion

Puiss (w)	Epaisseur(mm)	Deff	RMSE	Chi2	R2
200	3	3,95E-11	0,0527	0,0028	0,9605
200	5	7,06E-11	0,0754	0,0058	0,9327
200	8	1,20E-10	0,0754	0,0058	0,9327
300	3	4,16E-11	0,1011	0,0107	0,8962
300	5	7,71E-11	0,0998	0,0104	0,8920
300	8	1,52E-10	0,0789	0,0064	0,9261
400	3	6,38E-11	0,0911	0,0089	0,9153
400	5	1,23E-10	0,0946	0,0094	0,9084
400	8	2,02E-10	0,0866	0,0078	0,9183
500	3	8,07E-11	0,0829	0,0070	0,9187
500	5	1,25E-10	0,1158	0,0136	0,8584
500	8	2,67E-10	0,0920	0,0086	0,9067
600	3	9,19E-11	0,0862	0,0076	0,9131
600	5	1,65E-10	0,1007	0,0104	0,8886
600	8	3,42E-10	0,0772	0,0060	0,9299

700	3	1,02E-10	0,1073	0,0119	0,8857
700	5	2,10E-10	0,0874	0,0078	0,9159
700	8	3,12E-10	0,0918	0,0085	0,9043
800	3	1,18E-10	0,0686	0,0049	0,9421
800	5	2,36E-10	0,0894	0,0082	0,9116
800	8	3,70E-10	0,0840	0,0072	0,9168
900	3	1,03E-10	0,0873	0,0079	0,9122
900	5	2,03E-10	0,0936	0,0090	0,9007
900	8	4,17E-10	0,1072	0,0117	0,8800

.

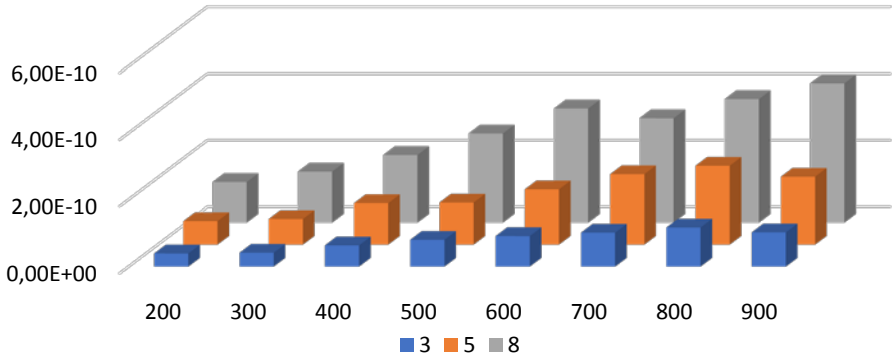


Figure III.A.10 Comparaison entre les coefficients de diffusion effective en fonction de puissance et l'épaisseur.

Contribution B : Modélisation par machines à vecteurs de support (SVM).

III.B.1 Conception de la topologie de SVM

La méthodologie choisie peut être schématisée conformément à l'organigramme de la Figure (III.B.1) et qui comporte les étapes suivantes :

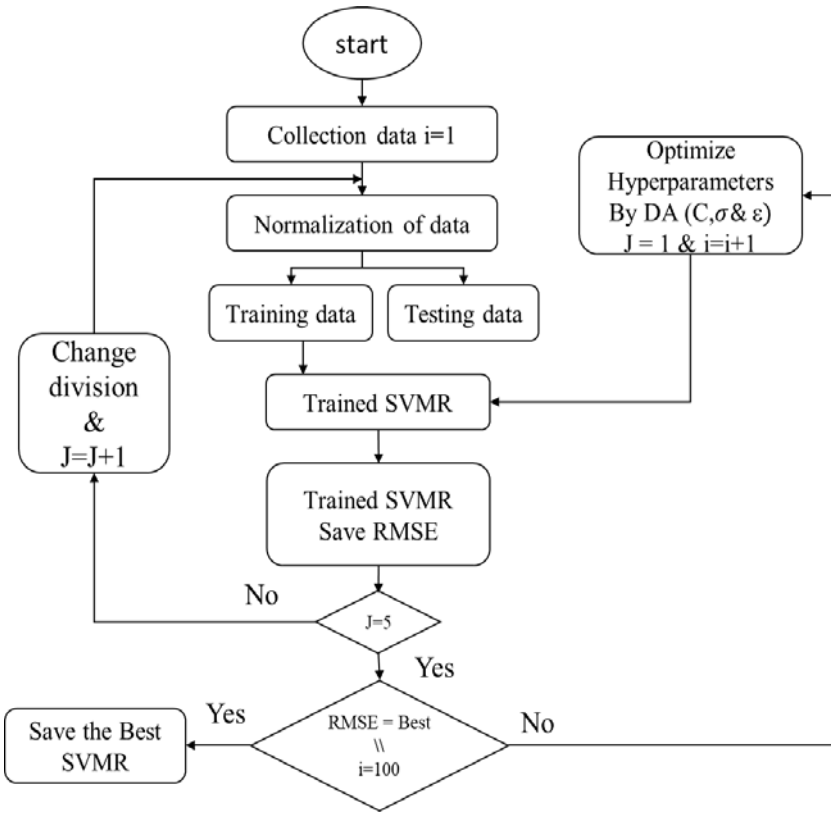


Figure III.B.1 Méthodologie de modélisation par SVM.

III.B.2. Analyse de base de données expérimentale

La base de données expérimentale doit être analysée statistiquement.

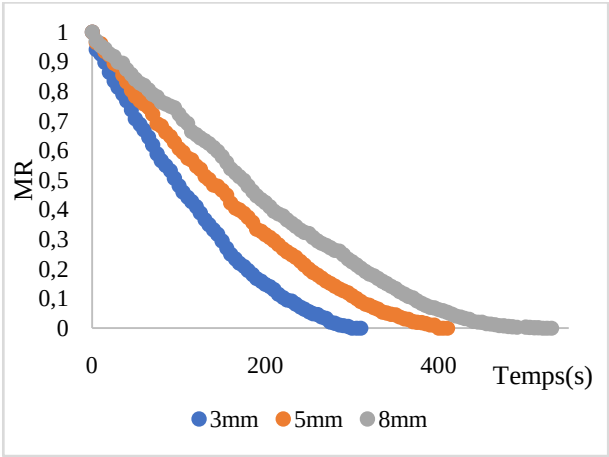


Figure III.B.2 Cinétiques de séchage à 900w et à différentes épaisseurs.

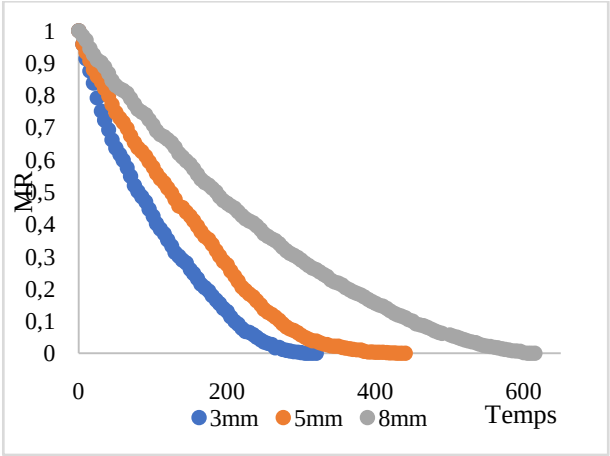


Figure III.B.3 La cinétique de séchage à 800 W et différentes épaisseurs.

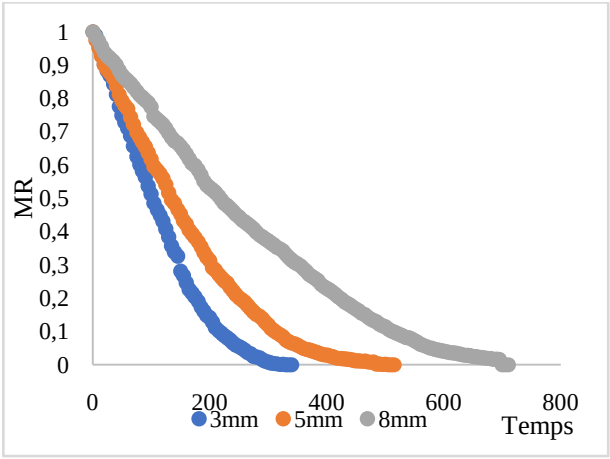


Figure III.B.4 La cinétique de séchage à 700W et différentes épaisseurs.

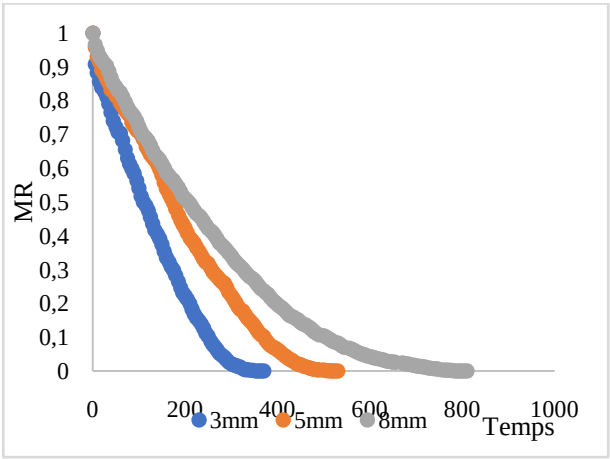


Figure III.B.5 La cinétique de séchage à 600W et différentes épaisseurs.

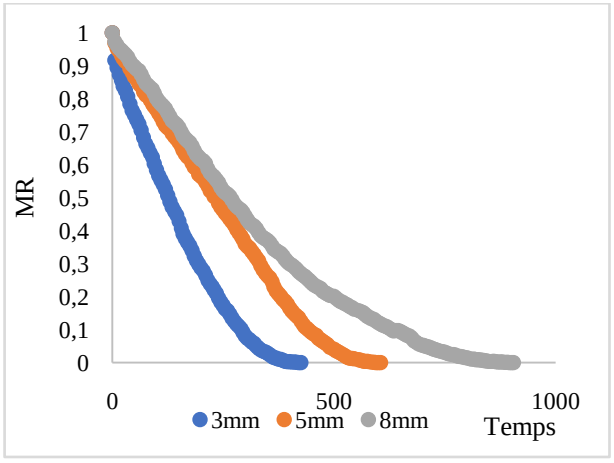


Figure III.B.6 La cinétique de séchage à 500W et différentes épaisseurs.

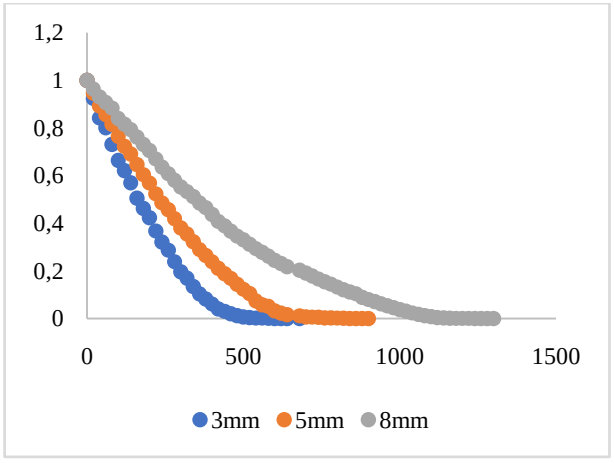


Figure III.B.7 La cinétique de séchage à 400W et différentes épaisseurs.

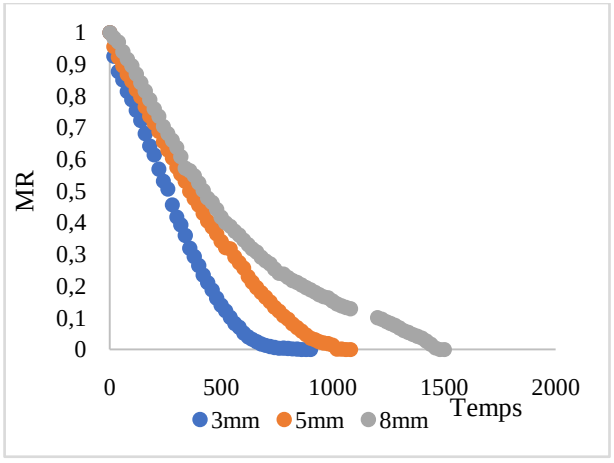


Figure III.B.8 La cinétique de séchage à 300W et différentes.

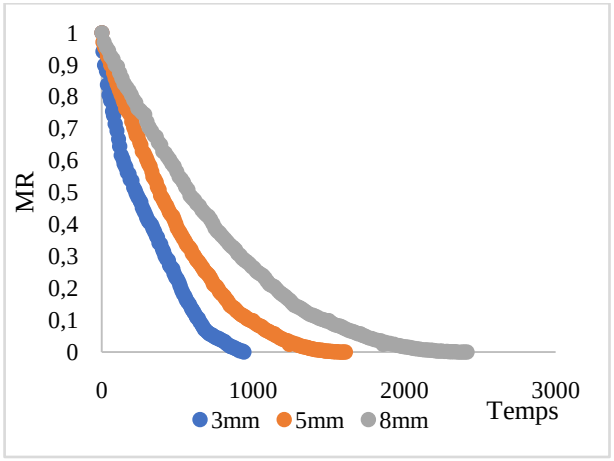


Figure III.B.9 La cinétique de séchage à 200W et différentes épaisseurs.

Le tableau (Tableau III.B.1) suivant résume les valeurs de certains paramètres statistiques, déviation standard et Variance.

Tableau III.B.1 : Paramètres statistiques des paramètres d'entrée et de sortie

	Paramètres	**Unité**	**Min**	**Max**	**STD**	**N° data points**
Paramètres entrée	Puissance	W	200	900	230.5223	2311 points
	Épaisseur	mm	3	8	2.0359	
	Temps	(s)	0	2415	408.9662	
Paramètres de Sortie	MR	-	0	1	0.3001	

Ces figures (Figure III.B.10) montrent que les variables ne sont pas corrélées linéairement les unes avec les autres, d'où alors ces variables ne sont pas dépendantes les unes aux autres.

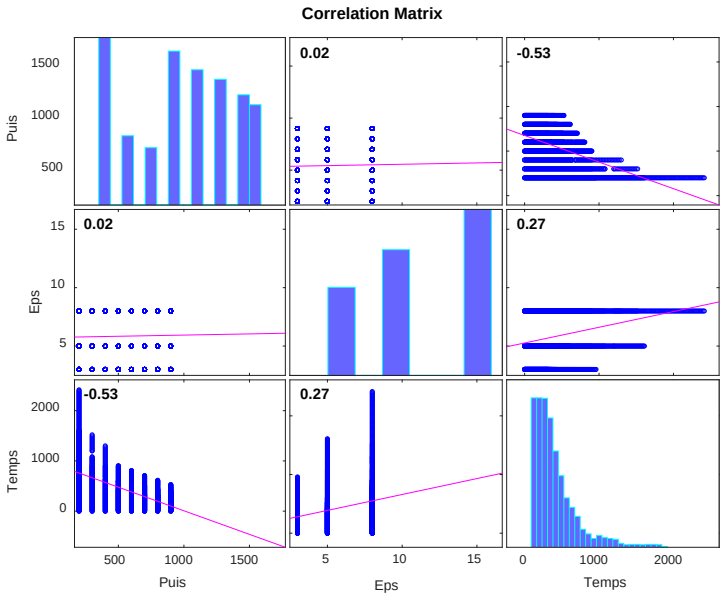


Figure III.B.10 Distribution des interactions binaires des facteurs.

III.B.3 Normalisation de la base de données

La normalisation est une étape importante dans le processus de l'élaboration des données. Elle devient dans la plupart des cas une exigence.

Les valeurs numériques dans la matrice discutée précédemment ont été normalisées afin d'améliorer l'optimisation.

La fonction de normalisation est exprimée par l'équation suivante.

$$X_n = X^{0,5} \qquad \text{(III.3.6)}$$

III.B.4 Mise en forme des données

Dans cette étape les données sont subdivisées en deux ensembles :

- Un ensemble pour l'apprentissage (80 % de la base).
- Un ensemble pour la phase de validation (20 % de la base).

III.B.5 Optimisation de SVMR

Dans cette partie nous avons optimisé le SVMR par la méthode de libellule (Dragonfly). Dans ce programme hybride appelé (DA-SVM), nous avons fixé les itérations à 30 et le nombre d'agents à 10 pour la recherche des paramètres.

Le programme contrôle les paramètres d'hyper plan (C, ε , n & σ) dans certains domaines voire C ∈ [1e-3,1e3], σ∈[1e-3,1e3], ε ∈[0,1], Ordre de polynôme « n » [2,5] et des fonctions de noyau 'Gaussien', 'linéaire', et 'polynomial'.

III. B.6 Interprétation des résultats de modélisation par SVM

Pour évaluer la capacité prédictive de model DA-SVM, celui-ci doit être testé pour des données qui ont été exclues de la base d'apprentissage. Par conséquent le vecteur de régression linéaire des sorties calculées par le modèle SVMR optimal et les sorties cibles (expérimentales) avec le tracé de cette régression ont été utilisés comme critère d'évaluation (racine de l'erreur quadratique moyenne (RMSE) et coefficient de détermination (R^2)) de la capacité prédictive du model. Ceux-ci sont obtenus facilement à l'aide de la fonction ***postreg***de MATLAB® R2020a.

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(MR_i^{exp} - MR_i^{cal}\right)^2}{n}} \qquad \text{(III.3.7)}$$

$$R^2 = 1 - \frac{SS_{res}}{SS_{tot}} = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{n}\left(MR_i^{exp} - MR_i^{cal}\right)^2}{\sum_{i=1}^{n}\left(MR_i^{exp} - MR_{moy}\right)^2} \qquad \text{(III.3.8)}$$

Avec

MR_i^{exp} : Quantité adsorbée expérimentale à l'équilibre

MR_i^{cal} : Quantité adsorbée calculé à l'équilibre

MR_{moy} : Quantité adsorbée moyenne à l'équilibre

n : nombre des points

III.B.6.1 Résultats avec noyau linéaire

La Figure (III.B.11) montre la courbe de régression linéaire de la teneur en eau réduite MR calculée par le DA-SVM optimisé avec la teneur en eau réduite expérimentale pour les deux phases : d'apprentissage et de validation, en utilisant la fonction de noyau linéaire avec un vecteur de régression [α (pente), β (ordonnée à l'origine), R (coefficient de corrélation)] = [0.91, 0.0047, 0.906], et le Tableau III.B 2 récapitule les paramètres du modèle.

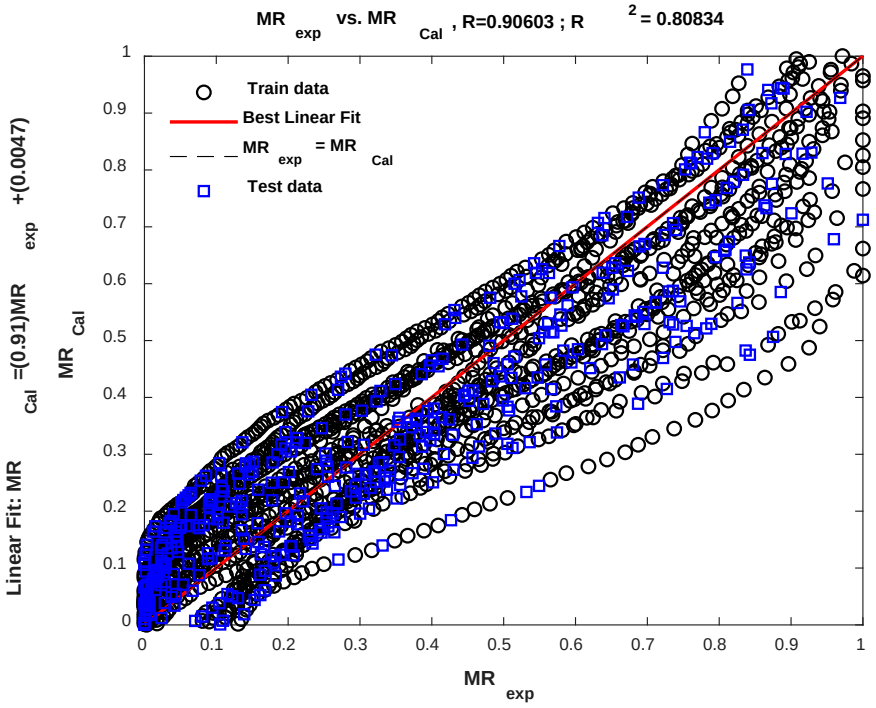


Figure III.B.11 Régression linéaire entre la MR expérimentale et MR calculée par le model SVM utilisant la fonction de noyau linéaire.

Tableau III.B.2 Les paramètres du modèle

C	*Ordre de polynôme*	*Epsilon*	*Fonction*	*Quantité de vecteurs de support*	*RMSE Apprentissage*	*RMSE Test*	*RMSE ALL*
1.1488	*2*	*0.016*	Linéaire	*335*	*0.1342*	*0.1271*	*0.1328*

III.B.6.2 Résultats avec noyau Polynomial

La Figure (III.B.12) montre la courbe de régression linéaire de la teneur en eau réduite MRcal calculée par le DA-SVM optimisé avec la teneur en eau réduite expérimentale MRexp pour les deux phases : d'apprentissage et de validation, en utilisant la fonction de noyau Polynomiale avec un vecteur de régression [α (pente), β (ordonnée à l'origine), R (coefficient de corrélation)] = [0.94, 0.011, 0.95], et le Tableau III.B.3 récapitule les paramètres du modèle.

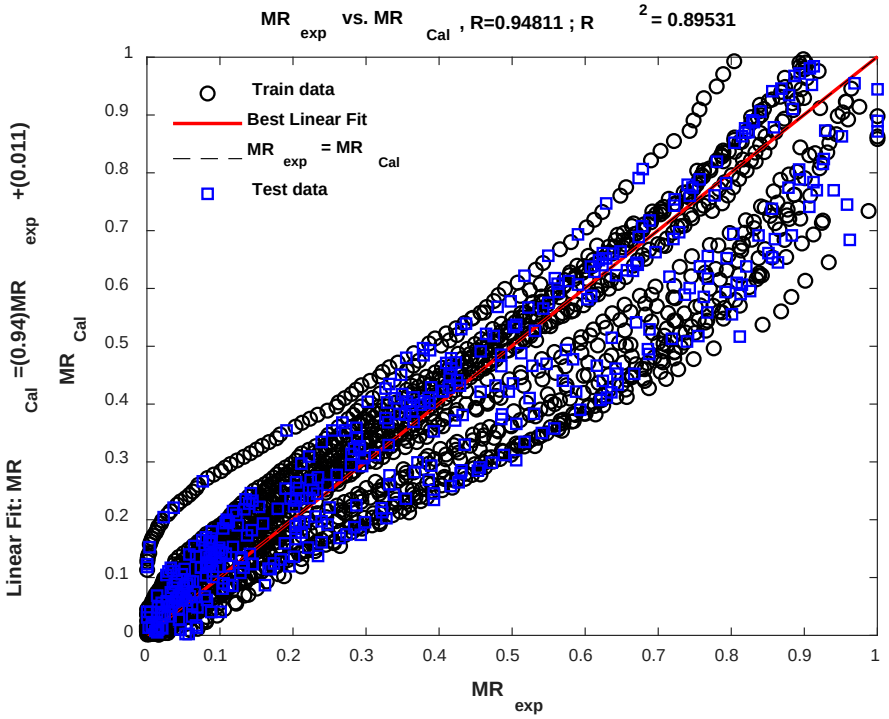


Figure III.B.12Régression linéaire entre la MR expérimentale et MR calculée par le model SVM utilisant la fonction de noyau polynomiale.

Tableau III.B.3 Les paramètres du modèle

C	*Ordre de polynôme*	*Epsilon*	*Fonction*	*Quantité de vecteurs de support*	*RMSE Apprentissage*	*RMSE Test*	*RMSE ALL*
205	*2.75*	*0.0102*	*Polynomial*	*475*	*0.0956*	*0.1009*	*0.0967*

III.B.6.3 Résultats avec Gaussien RBF

La Figure (III.B.13) montre la courbe de régression linéaire de la teneur en eau réduite MR calculée par le DA-SVM optimisé avec la teneur en eau réduite MR expérimentale pour les deux phases (apprentissage et validation) en utilisant la fonction de noyau Gaussien avec un vecteur de régression [α (pente), β (ordonnée à l'origine), R (coefficient de corrélation),R^2] = [1.00, 0.00048, 0.9998,0.9996], et le Tableau III.B.4 résume les paramètres du modèle.

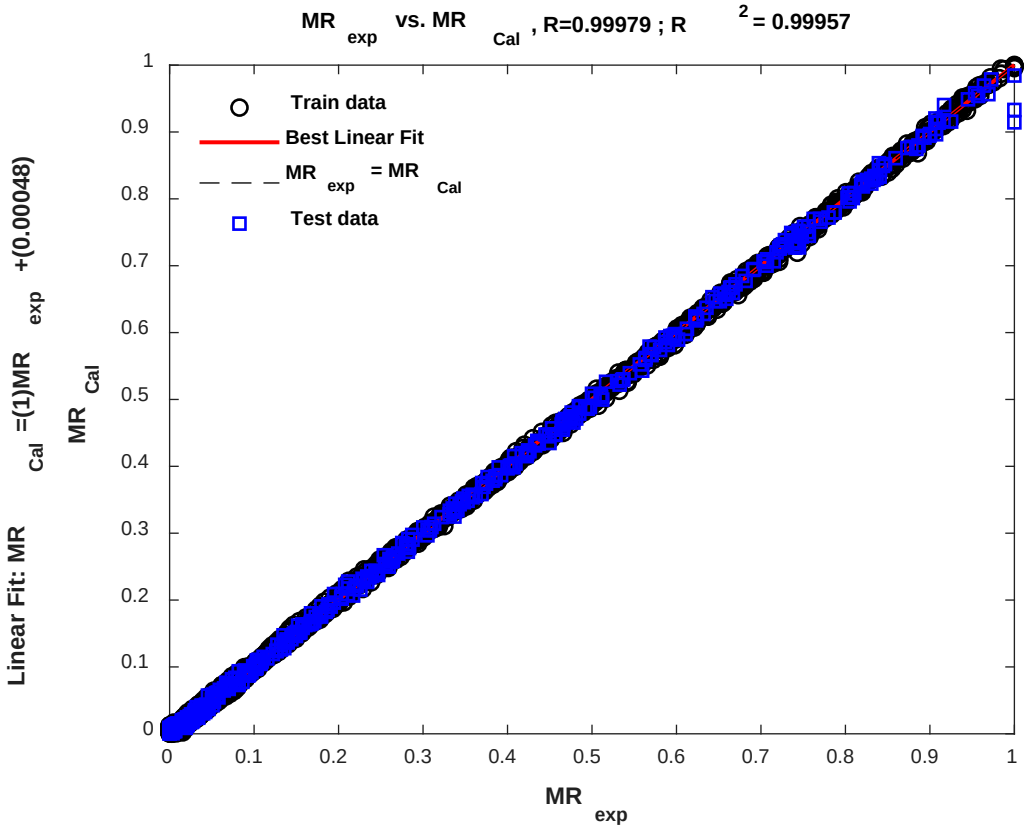


Figure III.B.13Régression linéaire entre la qe expérimentale et la qe calculée par le SVM avec fonction de noyau Gaussien.

Tableau III.B.4 Les paramètres du modèle SVM avec fonction de noyau.

C	*Sigma*	*Epsilon*	*Fonction*	*Quantité de vecteurs de support*	*RMSE Apprentissage*	*RMSE Tests*	*RMSE ALL*
338	*0.58*	*6.1507e-5*	*Gaussian*	*1500*	*0.0057*	*0.0078*	*0.0062*

Comparaison entre les fonctions de noyaux

D'après les résultats des trois modèles obtenu une comparaison ont été fait afin de choisi la maillure noyaux la figure suivent montre, parmi lequel le noyau gaussien donne un résultat magnifique avec RMSE égale 0.0062.

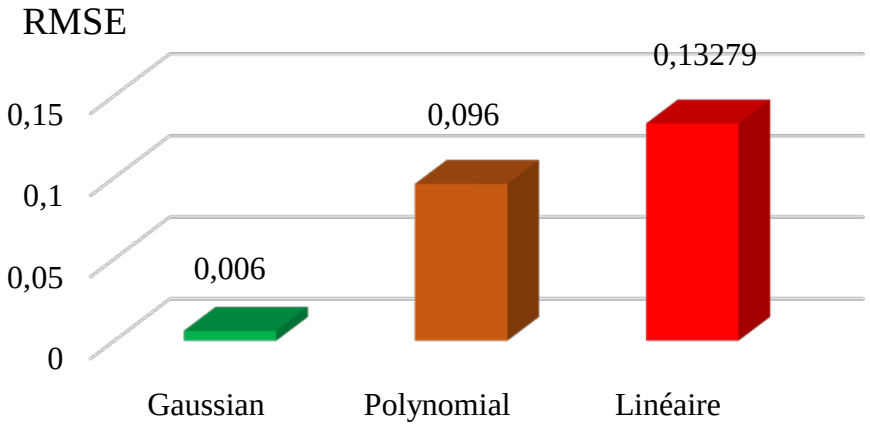


Figure III.B.14 Comparaison entre les trois fonctions de noyaux.

Interface graphique

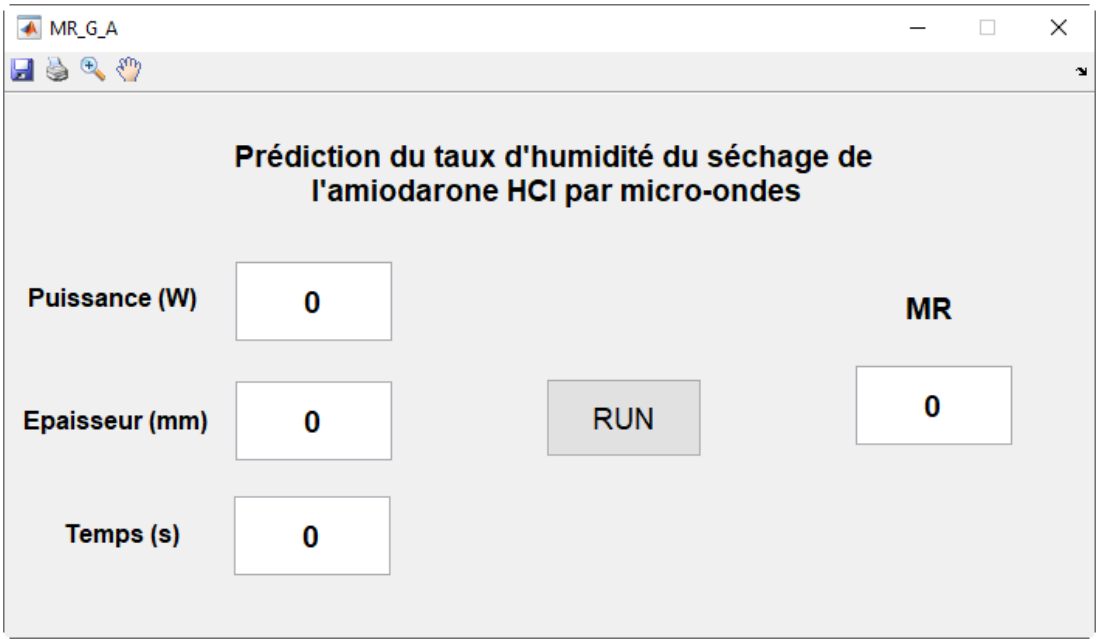


Figure III.B.15 interface graphique.

III.B.7 Conclusion

L'objectif de la première partie était d'optimiser et modéliser par la méthode de plan d'expériences, une plans factorielle mixé utilisé pour déterminer le temps de séchage de la poudre pharmaceutique TERBINAFINE HCl dans une séchoir microonde. Cette modélisation a permis d'obtenir un modèle empirique quadratique en donnant les effets de l'interaction des paramètres opératoires sur le temps de séchage. Ensuite une modélisation de transfert de matière a été fait par l'algorithme d'optimisation Da-Nlinfit.

Dans la deuxième partie nous avons décrit les étapes de la modélisation SVMR pour estimer le MR en fonction des paramètres opératoire tel que puissances, épaisseurs et temps de séchage de la poudre pharmaceutique, après l'optimisant des paramètres de SVM par l'algorithme libellule (DA), le modèle optimisé a été trouvé avec une meilleure erreur RMSE = 0.006. Pour faciliter l'utilisation de modèle établé une interface graphique a été programmé afin de calculer MR. Ces résultats montrent que notre modèle est capable d'estimer correctement les données expérimentales.

Conclusion Général

Ce travail est basé sur une étude expérimentale du phénomène de séchage de la poudre pharmaceutique Terbinafine HCl. La méthodologie du manuscrit est divisée en deuxune partie théorique et une partie expérimentale.

Dans l'aspect théorique, nous avons abordé quelques-unes des bases du séchage, quelques notions de base et quelques utilisations du séchage dans tous les domaines, notamment ses applications dans les domaines pharmaceutiques.Également nous avons détaillé la méthode de modélisation par les machines à vecteurs de support, les machines à vecteurs de support ou séparateurs à vaste marge (en anglais support vector machine, SVM) sont un ensemble de techniques d'apprentissage supervisé destinées à résoudre des problèmes de discrimination et de régression.

Dans l'aspect expérimentale, nous avons étudié le séchage de poudre pharmaceutique par la méthode de plans expérimental et nous avons modélisé certains des facteurs qui en effets sur le temps de séchage final.Ensuite nous avons étudié les cinétiques de séchage en terme physique par la modélisation de la perte de masse qui correspond le calcule de coefficient de diffusion par la 2^{eme} loi de fick ,les résultats montrent que le modèle SVM a une haute capacité prédictive quantifié par R2 et RMSE talque 0.99957 et 0.0062 respectivement.. la résolution d’équation a été fait par la méthode d'optimisation DA-Nlnfit. Les données obtenues dans la première partie ont été utilisé pour la modélisation par intelligence artificielle, et les résultats montrerque le modèle est idéal pour prédire la tenure en l'eau.

Référence

Chapitre I

Charreau A., Cavaille R. (1991) Séchage théorie et pratique. Technique de l'Ingénieur, génie des procédés, 2480-1; 2480-23

Chareau, A., Cavaillé, R. 1995. Théorie et calculs. Techniques de l'Ingénieur, J2480, 25 p. Mulet, A. 1994. Drying modelling and water diffusivity in carrots and potatoes. Journal of Food Engineering, 22(1-4), 329-348

A.KHENBLOUCHE, Etude et réalisation d'un nouveau procédé de séchage couplé à un système de chauffe-eau solaire. Mémoire de Master: Université Kasdi Merbah . Ouargla.(**2014**)..

D.Mennouch. Valorisation des produits agro-alimentaires et plantes médicinales par les procédés de séchage solaire. Mémoire de Magister: Université Kasdi Merbah. Ouargla. Cédé

S.CHOUICHA, Etude Expérimentale du Séchage Solaire des Dattes Humides et Impact sur la Qualité .Mémoire de Magister: Université Kasdi Merbah. Ouargla .(**2010**)..

Ben cheikch,M. Ould Sidimed et Y.Draoui, Conception et réalisation d'un séchoir Solaire indirect opérant en mode convectif. Mémoire de l'ingénieur d'état. Université Kasdi Merbah –Ouargla. (juin **2011**).

McCabe, W.L., Smith, J.C., Harriott, P., 1985. Unit operation of chemical engineering.Paris.

W.L.McCabe,J.C. Smith et P.Harriott "Unit operation of chemical engineering",Hill Book Company(**1985**)

Bimbenet, J.-J., et Bonazzi, C., (2003). Séchage des produits alimentaires-Principes. Techiniques de l'ingénieur, (F 3000), 14.

Allaf, K.; Mounir, S. Et Allaf, T. (2012). Swell-drying: séchage ettexturation par DIC des Végétaux. Technique de l'ingénieur. France : La Rochelle, France.

Perkin R. M. (1980). The heat and mass transfer characteristics of boiling point drying Using radio frequency and microwaveelectromagnetic fields. International Journal of Heat And Mass Transfer, 23(5), 687-695

Jean, V., (2011). Séchage Industriel : Principes et calcul d'appareils autre modes de séchage que l'air chaud (partie1).Techniques de l'ingénieur opérations unitaires : evaporation et séchage, base documentaire : TIB 316 DUO

Vasseur J. 2009. Séchage : principe et calculs d'appareils-séchage convectif par air chaud (partie1). Techniques de l'ingénieur. Opérations unitaires : Evaporation et séchage. Base documentaire (Ref : article : j2451)

Li, Z., Raghavan, G. S. V. et Orsat, V. (2010). Temperature and power control in microwave drying. Journal of Food Engineering, 97(4), 478-483.s

Mathavi, V., Sujatha, G., Bhavani, S. Ramya, B., Karthika, D. 2013. New trends in Foodprocessing. International Journal of Advances in Engineering &Technology, 5: 176-187.

Roussy, G. ; Rochas, J.F. et Oberlin, C. (2003). Chauffage diélectriqueTechnologies.Technique de l'ingénieur. Electrothermie industrielle. 12(D5941), D5941-1

Copson, D. A., (1975). Microwave Heating. AVI Publ.Co., Westport, Connecticut, 285p

SCHUBERT, H., & REGIER, M. (2005). The microwave processing of foods. Cambridge England: CRC Press, 345 pages.

Sosa-Morales, M. E., Valerio-Junco, L., Lopez-Malo, A., & Garcia, H. S., (2010) Dielectric properties of foods: Reported data in the 21st Century and their potential Applications. LWT – Food Science and Technology, 43(8), 1169-1179

Buffler, C. R., (1993). Microwave Cooking and Processing: Engineering Fundamentals for the Food Scientist. Aspen Publishers. Newyork, 220

Maskan M., (2001): Kinetics of colour change of kiwifruits during hot air and microwave drying. Journal of Food Engineering, 48(2):169-175

TAO, Z., WU, H., CHEN, G., & DENG, H. (2005). Numerical simulation of conjugate heat And mass transfer process wiyhin cylindrical porous media with cylindrical dielectric

ZHANG, M., TANG, J., MUJUMDAR, A.-S., & WANG, S. (2006). Trends in microwave Related drying of fruits and vegetables. Food science and technology 17, 524-534

A-L.B.Camara, thèse « extrapolation du procédé de granulation humide en mélangeurHaute vitesse », **2005**

Gauthier, X., 2003. Comparaison de deux techniques de séchage en granulation humide. These Dr.

Dilip, M.P., 1997. Drugs and the pharmaceutical sciences. Handb. Ofpharmaceutical granulation teehnology 81.

Kapur PC, Fuerstenau DW.Kinetics of green pellitization.Trans AIME **1964**; 229, 348-55

Gayot A. Cours du Professeur Anne Gayot. Master 2 Pharmacie Galénique Industrielle. **2018**.

Linkson PB, Glastonbury JR, Duffy CF. The mechanism of granule growth in wet pelletizing.Trans. Inst. Chem. Eng. **1973** ;21,251

Le Hir A., Chaumeil J-C., Brossard D. Pharmacie galénique: bonnes pratiques De fabrication des médicaments. Paris: Elsevier Masson. **2009** ; 382 p

Frogerais A. La production des formes sèches aux USA après la Seconde Guerre mondiale. **2017** ; 38 p.

C. Abelli, thèse de doctorat « génériques humanitaires : Intérêts et limites des cinétiques De dissolution dans le contrôle qualité des gélules application à la tétracycline et à l'indométacine », université de Clermont, **1996**.

J.P NADEAU, J.R. PUIGGALI, « Séchage: des processus physiques aux procèdes industriels ».Tec & Doc- Lavoisier, 1995. KASDI MERBAH – OUARGLA, **2011**.

M.Kouhila, A.Belghit, B.C.Boutaleb. Etude Expérimentale du Séchage Convectif de la SAUGE dans un Séchoir Solaire muni d'un Appoint Electrique. Revue des Energies Renouvelables. Pp. 33-38, Algérie, **2000**.

M.A.A.MATALLAH. (2004). Contribution à l'étude de la conservation des dattes de la variété Deglet-Nour : Isotherme d'adsorption et de désorption. Mémoire d'Ingéniorat d'état: Institut National Agronomique (I.N.A) El Harrach –Alger.

Zidani, S. (2009). Influence des techniques de séchage sur la solubilité des protéines de la levure "Saccharomyces cerevisiae" produite dans un milieu à base de datte, Université El Hadj Lakhdar

Chapitre II

Li, M., 2006. Sequence and text classification: features and classifiers.

Gherghout, Y., Souici-Meslati, L., 2009. Reconnaissance de caractères arabes manuscrits par les séparateurs à vastes marges (svm), in: Proceedings of the International Conference on

Applied Informatics (ICAI), Bordj Bou Arreridg-Algeria. Pp. 220–223.

Vapnik, V, Vapnik, Vlamimir, 1998. Statistical learning theory Wiley. New York 156–160.

Vapnik, V., 2000. The nature of statistical learning theory. Springer science & business media.

Hasan, M., Boris, F., 2006. Svm: Machines à vecteurs de support ou séparateurs à vastes marges. Rapp. Tech. Versailles St Quentin, Fr. Cité 64

Cornuéjols, A., 2002. Une nouvelle méthode d'apprentissage: Les SVM. Séparateurs à vaste marge. Bull. L'AFIA 51, 14–23

Basak, D., Pal, S., Patranabis, D.C., 2007. Support vector regression. Neural Inf. Process. Rev. 11, 203–224

Farag, A., Mohamed, R.M., 2004. Regression using support vector machines: basic foundations.

Hamel, L.H., 2011. Knowledge discovery with support vector machines. John Wiley & Sons

Murtagh, B.A., Saunders, M.A., 1978. Large-scale linearly constrained optimization. Math. Program. 14, 41–72.

Vanderbei, R.J., 1999. LOQO: An interior point code for quadratic programming. Optim. Methods Softw. 11, 451–484

Osuna, E., Freund, R., Girosi, F., 1997. An improved training algorithm for support vector machines, in: Neural Networks for Signal Processing VII. Proceedings of the 1997 IEEE Signal Processing Society Workshop. IEEE, pp. 276–285

Cristianini, N., Shawe-Taylor, J., 2000. An introduction to support vector machines and other kernel-based learning methods. Cambridge university press.

Platt, J., 1998. Sequential minimal optimization: A fast algorithm for training support vector machines

Flake, G.W., Lawrence, S., 2000. Efficient SVM regression training with SMO, in: Machine Learning. Citeseer.

Chang, C.-C., Lin, C.-J., 2011. LIBSVM: A library for support vector machines. ACM Trans. Intell. Syst. Technol. 2, 27

Cao, L.J., Keerthi, S.S., Ong, C.J., Zhang, J.Q., Periyathamby, U., Fu,X.J., Lee, H.P., 2006. Parallel sequential minimal optimization for the training of support vector machines. IEEE Trans. Neural Networks 17, 1039–1049.

Chapitre III

GOUPY, J. (1997, Septembre 10). Plans d'expérience. Consulté le 16 Juin 2013, sur Techniques de l'Ingénieur.

GOULD, G. (1999). New methods of food preservation. Great Britain: Aspen publishers

HADDAD Y., AYOUAZ L. ; « Contrôle de qualité et validation d'une méthode de Dosage de LAMIDAZ® 250mg ». (**2008**), Mémoire d'ingénieur d'état. Université Abderrahmane Mira de Bejaia, Algérie.

Mulet, A., 1994. Drying modelling and water diffusivity in carrots and potatoes. J. Food Eng. 22, 329–348. Doi:10.1016/0260-8774(94)90038.

Srikiatden, J., Roberts, J.S., 2006. Measuring moisture diffusivity of potato and carrot (core and cortex) during convective hot air and isothermal drying. J. Food Eng. 74, 143–152.Doi:10.1016/j.jfoodeng.2005.02.026

Darvishi, H., Azadbakht, M., Rezaeiasl, A., Farhang, A., 2013. Drying characteristics of sardine fish dried with microwave heating. J. Saudi Soc. Agric. Sci. 12, 121–127.Doi:10.1016/j.jssas.2012.09.002