



ANÁLISIS COMPARATIVO DE LA DINÁMICA DE UN CRISTALIZADOR CONTINUO TIPO TANQUE AGITADO: CASOS ISOTERMICO Y POR ENFRIAMIENTO

COMPARATIVE ANALYSIS OF THE CRYSTALLIZER DYNAMICS TYPE CONTINUOUS STIRRED TANK: ISOTHERMIC AND COOLING CASE

O. Velázquez-Camilo^{1*}, J. J. Álvarez-Ramírez¹ y E. Bolaños-Reynoso²

¹ Departamento de Ingeniería Química, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, Av. San Rafael Atlixco #186. Col. Vicentina. C.P. 09340, México D.F., México.

² División de Estudios de Posgrado e Investigación - Instituto Tecnológico de Orizaba, Ote. 9 #852. Col. E. Zapata. C.P. 94320, Orizaba, Ver. México.

Recibido 5 de Octubre 2007; Aceptado 3 de Diciembre 2008

Resumen

En este trabajo se caracterizó dinámicamente un cristalizador continuo tipo tanque agitado en estado isotérmico y por enfriamiento vía simulación, y se estudiaron alternativas de operación y controlabilidad del proceso. El modelo matemático del proceso está basado en el método de momentos. El proceso metodológico consistió en la implementación de un servocontrol SISO (única entrada-única salida) retroalimentado con controlador PID (proporcional-integral-derivativo). Los parámetros de sintonía del controlador se obtuvieron con las estrategias de un modelo de control interno (IMC). La variable del proceso a controlar fue el diámetro promedio relativo en % volumen $D(4,3) = \mu_4 / \mu_3$, ya que es una variable muy usada en el ámbito comercial e industrial; la variable manipulable en el caso isotérmico y por enfriamiento fue la concentración del soluto en la alimentación y la temperatura de enfriamiento, respectivamente. Del análisis estático se observan las zonas donde existe la presencia de ciclos límites y los valores de tiempos de residencia más favorables para operar y controlar la cristalización isotérmica y por enfriamiento. Se concluye que el controlador PID retroalimentado que se implementó en los dos casos fue satisfactorio eliminando las desviaciones entre el punto de ajuste y la respuesta de la variable controlable.

Palabras clave: cristalización isotérmica, cristalización por enfriamiento, modelo de momentos, caracterización dinámica, estrategia de control.

Abstract

In this work an operation alternative and controllability was studied by simulation of a stirred tank continuous isothermic crystallizer through of its dynamic characterization. The process model is based on the moments technique. The methodological process consisted on the implementation of a SISO (single input-single output) feedback servocontrol algorithm and a PID (proportional-integral-derivative) controller. The tuning was carried out with the strategies of internal model control (IMC). The process variable to control was the average diameter in % volume $D(4,3) = \mu_4 / \mu_3$, because is a useful variable in both commercial and industrial environment; the manipulate variable in isothermic operation and for cooling was the solute concentration in the feeder and cooling temperature, respectively. Since static analysis were obtained zones where the presence of limits cycle exists and values of more favorable residence times to operate and control the crystallization process for isothermic and cooling operation. Feedback PID controller in the two operations was satisfactory eliminating the deviations between the adjustment point and the response of the controllable variable.

Keywords: isothermic crystallization, cooling crystallization, moment's model, dynamic characterization, control strategy.

1. Introducción

La cristalización es ampliamente usada en la industria para producir sólidos cristalinos con una

alta pureza. Las oscilaciones no lineales en los procesos de cristalización en operación continua es un fenómeno bien conocido representando en la

* Autor para la correspondencia. E-mail: ovc@xanum.uam.mx
Tel. (55) 58-04-46-00 Ext. 2582, Fax: (55) 58-04-49-00

práctica un problema para el diseño, operación y control de estos procesos (Pathath y Kienle, 2003).

Los modelos matemáticos en el proceso de cristalización o procesos particulados comúnmente son obtenidos a través de la aplicación de balances de población, materia y energía (MBP). Los balances de población consisten en un sistema de ecuaciones integro-diferenciales no lineales que describen la evolución de la distribución de tamaño de cristal (DTC) y se encuentran acopladas con un sistema de ecuaciones diferenciales ordinarias (ODEs) que describen la evolución de las variables de estado de la fase continua (Christofides y col., 2000; Christofides y col., 2006).

La cristalización en operación continua presenta grandes ventajas de las cuales se enuncian: el bajo costo de operación, poca demanda de mano de obra, posibilidad de clasificar y obtener un producto de calidad constante; y como desventajas están la tendencia a la formación de incrustaciones en las superficies de intercambio de calor, así como el diseño adecuado de la descarga del producto final, y la obtención de un tamaño de cristal pequeño. Además presenta una desventaja adicional para el diseñador ya que existen ciertas clases de sustancias donde la cristalización en continuo es difícil por lo que muchas veces es preferible la operación discontinua (Srinivasakannan y col., 2002). La mayoría de las industrias que utilizan el proceso de cristalización, no tienen un control satisfactorio sobre la DTC especificada. Esto se debe principalmente a la complejidad de determinar la sobresaturación en línea en los procesos y a la falta de un control robusto (Bolaños, 2000) por lo que el interés por el estudio en la simulación y control de esta operación está creciendo debido a la demanda de productos de mayor calidad con propiedades específicas (Ondrey y Hairston, 2001).

2. Modelo matemático para la operación isotérmica

El modelo del proceso fue descrito primeramente a partir de un MBP considerando un cristalizador continuo tipo tanque agitado en estado isotérmico con trampa de finos (Lei y col., 1971). Posteriormente Jerauld y col. (1983) a partir del MBP desarrollaron el modelo de momentos el cual fue reducido por el método de residuales ponderados por Chiu y Christofides (1999). El modelo de momentos tiene una solución numérica relativamente menos complicada que resolver el MBP ya que se evita resolver las ecuaciones diferenciales parciales del balance de población, además de que es un método ampliamente utilizado por la mayoría de los investigadores en cristalización (Doherty y col., 2006) y permite un mejor análisis de los parámetros de interés como los diámetros promedios relativos.

Las principales condiciones de operación y características del modelo del proceso para un cristalizador continuo en estado isotérmico son las

Tabla 1. Parámetros del proceso (Christofides y col., 2000).

Parámetros	Valor	Dimensión
C ₀	1000	kg / m ³
C _s	980.2	kg / m ³
ρ _{Crist}	1769	kg / m ³ Perry
ρ _{sol}	1243.5	kg / m ³ Salcedo
ρ _{sol}	3740.059	kg / m ³ Perry
k ₁	5.065x10 ⁻²	mm m ³ /kg h
k _{2, nom}	7.958	mm ⁻¹ h ⁻¹
k ₃	1.217x10 ⁻³	-----
τ	1	h

siguientes: el cristalizador opera bajo condiciones isotérmicas y volumen constante, la suspensión (magma) está perfectamente mezclada por lo que la toma de una muestra en cualquier punto del cristalizador es representativa del sistema, la transferencia de energía (calor) de la chaqueta al interior del cristalizador es muy rápida, la formación de cristales vía nucleación es de tamaño infinitesimal y el crecimiento de los cristales es independiente del tamaño, y la sustancia de trabajo es sulfato de amonio (Christofides y col., 2006).

El sistema de ecuaciones es un sistema no lineal que consiste de ecuaciones diferenciales ordinarias; las cuales se resuelven mediante el método de integración numérica de Runge-Kutta de 4° orden. El sistema de ecuaciones de momentos acoplado al balance de concentración del soluto en la fase continua se presenta de la Ec. (1) a la Ec. (3). En la Tabla 1 se presentan los parámetros del proceso:

$$\frac{d\mu_0}{dt} = -\frac{\mu_0}{\tau} + \left(1 - \frac{4}{3}\pi\mu_3\right)k_2e^{-[k_3/(C/C_s)-1]} \quad (1)$$

$$\frac{d\mu_j}{dt} = -\frac{\mu_j}{\tau} + jk_1(C - C_s)\mu_{j-1}, \quad \text{para } j=1,2,3,\dots,n \quad (2)$$

$$\frac{dC}{dt} = \frac{C_0 - C - 4\pi k_1 \tau (C - C_s) \mu_2 (\rho - C)}{\tau \left[1 - \left(\frac{4}{3}\pi\mu_3\right)\right]} \quad (3)$$

donde

$$k_2 = k_{2,nom} \text{ y } \rho = \rho_{nom} + 0.1\rho_{nom} \quad (4)$$

3. Análisis dinámico y estático del proceso a lazo abierto para la operación isotérmica

Como un primer acercamiento al estudio de la sensibilidad de parámetros del proceso a lazo abierto, se manipulará el tiempo de residencia (τ). Las figs. 1 y 2 muestran las respuestas del proceso de importancia (estados del sistema) en estudio como la concentración del soluto y el diámetro promedio relativo al volumen D(4,3) a lazo abierto para diferentes tiempos de residencia. Se observa que para τ > 0.5 h existen oscilaciones límites (oscilaciones sostenidas) lo cual es muy común en los cristaliza-

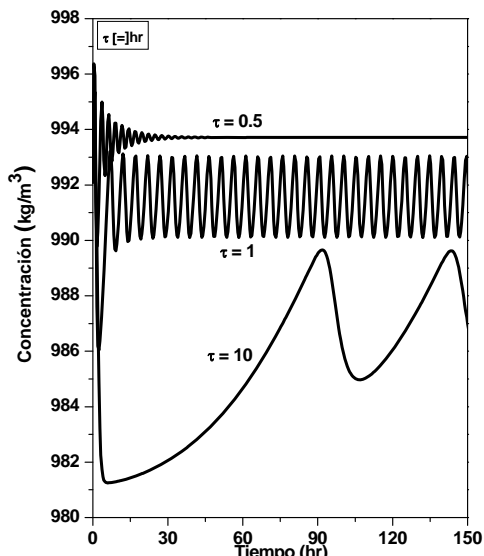


Fig. 1. Respuesta del proceso (concentración del soluto) a lazo abierto para diferentes tiempos de residencia

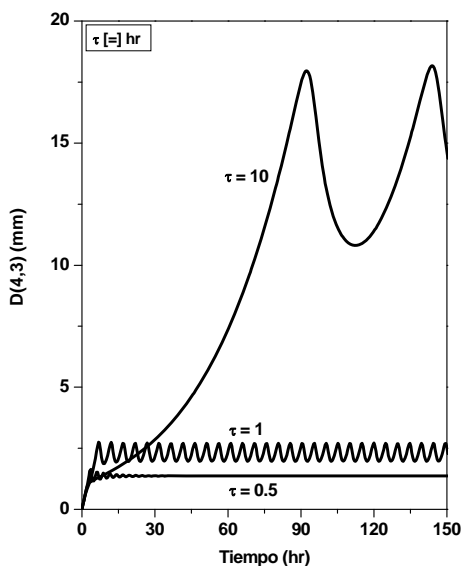


Fig. 2. Respuesta del proceso ($D(4,3)$) a lazo abierto para diferentes tiempos de residencia

dores continuos. Sin embargo, las respuestas del proceso para $\tau \leq 0.5$ h presentan oscilaciones que se amortiguan para alcanzar un estado estacionario estable (aproximadamente 70 h para un $\tau = 0.5$ h). De las figs. 1 y 2 se deduce que es conveniente trabajar con $\tau \leq 0.5$ h, para una mayor estabilidad y fácil manejo del proceso. Un análisis estático (estados estacionarios) de la variable a controlar y las posibles variables manipulables puede arrojar más información sobre la estabilidad o inestabilidad del proceso.

En las figs. 3 y 4 se exhiben las respuestas estáticas para el $D(4,3)$ a diferentes tiempos de residencias y concentración de alimentación. En la

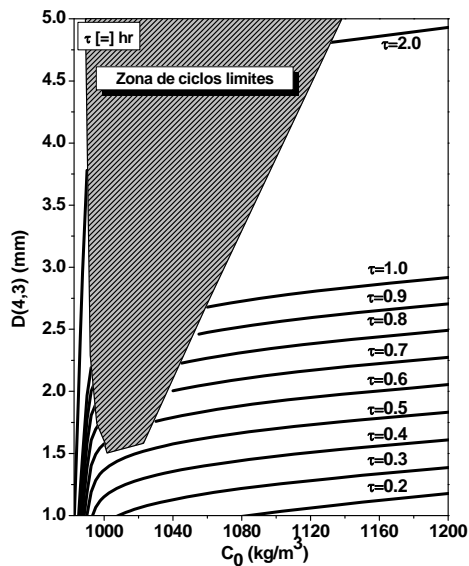


Fig. 3. Respuesta estática de $D(4,3)$ sobre la zona de ciclos límites para la operación isotérmica

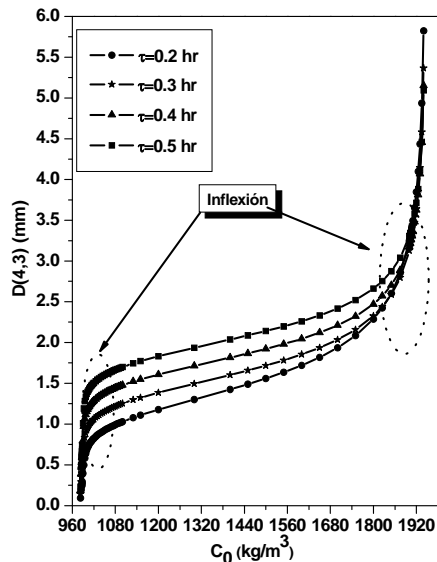


Fig. 4. Estudio estático de $D(4,3)$ sobre las zonas de alta y baja sensibilidad

Fig. 3 se observa que existe una zona de operación (franja oscura) donde aparecen los ciclos límites de acuerdo a los valores de concentración de alimentación y tiempo de residencia establecidos. Esta zona crece conforme aumenta el tiempo de residencia; corroborándose así que es más estable trabajar con $\tau \leq 0.5$ h, ya que las oscilaciones límites aparecen a partir de un $\tau \geq 0.6$ h.

En la Fig. 4 se observan dos puntos de inflexión no lineales, una ganancia del proceso poco sensible a las perturbaciones (entre los puntos de inflexión) y dos ganancias a los extremos muy sensibles a las perturbaciones, lo cual convierte al sistema en un proceso muy difícil de ser controlado globalmente. Se observa que para cualquier respues-

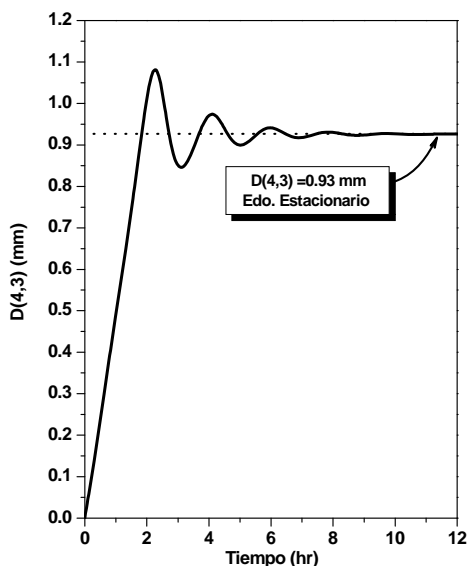


Fig. 5. Respuesta del proceso a lazo abierto para operación isotérmica con $\tau = 0.3$ h.

ta, a partir del primer punto de inflexión hasta el segundo punto de inflexión es necesario un gradiente muy grande en la concentración de alimentación (C_0) para pasar de un valor de $D(4,3)$ a otro de mayor o menor magnitud, según sea el objetivo de operación (cristalizar o solubilizar).

4. Control bajo operación isotérmica

En la Fig. 5 se presenta la respuesta del proceso a lazo abierto con $\tau = 0.3$ h, alcanzándose el estado estacionario en aproximadamente 10 h, con un valor de $D(4,3) = 0.93$ mm. Esto indica que es factible usar técnicas de control retroalimentado para regular la operación del cristizador. El objetivo de control fue establecer un valor de punto de ajuste de $D(4,3) = 1$ mm aplicando un servocontrol retroalimentado con controlador PID, el cual se sintonizó mediante las reglas IMC obtenidas por Skogestad (2003). Los parámetros de sintonía del controlador fueron $K_c = 1938.0539$ kg/m³ mm, $\tau_i = 0.5242189$ h y $\tau_D = 4.125 \times 10^{-6}$ h.

Se observa en la Fig. 6 que la respuesta a lazo cerrado alcanza el valor del punto de ajuste en aproximadamente 2.5 hrs para posteriormente, una vez estabilizado el proceso, se aplica una perturbación de tipo escalón positivo y negativo a las 7 h. Los valores de las perturbaciones se hicieron hasta el punto en que el controlador se desestabilizaba, fijando como valor máximo para el escalón positivo un $D(4,3) = 1.3$ mm y para el escalón negativo un $D(4,3) = 0.55$ mm.

También se observa que el tiempo en alcanzarse el valor del punto de ajuste negativo es mucho menor en comparación al cambio en escalón positivo (2 y 3 h, respectivamente). Esto es debido a que el proceso de cristalización es más difícil de realizar que el proceso de disolución. En otras pala-

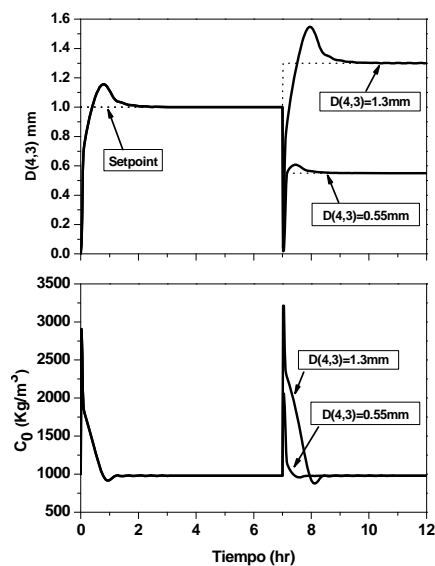


Fig. 6. Respuesta del proceso a lazo cerrado para operación isotérmica con $\tau = 0.3$ h.

bras, el estudio presentado en la Fig. 4 muestra que para alcanzar valores por arriba de un $D(4,3) = 1$ mm, el sistema necesitará una concentración de alimentación muy alta y por lo tanto mucho más tiempo de proceso. De lo anterior se observa que el proceso controlado por sí mismo es incontrolable ya que a pesar de que por simulación se alcanza a estabilizar el proceso aun bajo cambios escalones positivos y negativos, la exigencia del controlador de aumentar la concentración de alimentación de 1000 kg/m³ a 3000 kg/m³ es inoperable, debido principalmente a la zona de operación la cual presenta trayectorias excesivamente rápidas.

5. Modelo matemático para la operación por enfriamiento

Debido a la dificultad de operar y controlar el cristizador continuo tipo tanque agitado en operación isotérmica, se propone analizar el cristizador en operación por enfriamiento. Se empleó el modelo matemático del caso isotérmico presentado en la Sección 2, con las siguientes suposiciones: en el caso de operación por enfriamiento requeriría de la adición de una ecuación para el balance de energía, pero si se considera que se tiene un equipo altamente eficiente en la transferencia de energía en el sistema chaqueta-interior del cristizador, se tendría que las temperaturas tanto en la chaqueta como en el interior serían casi idénticas. También la dinámica del proceso es cuasi-estacionaria, una suposición comúnmente tomada para sistemas continuos ya que la escala de tiempo de transferencia de calor es mucho más pequeña que la escala de tiempo de cristalización; por ejemplo para un cambio escalón en la temperatura de enfriamiento, la dinámica de la respuesta del sistema (temperatura del interior) es

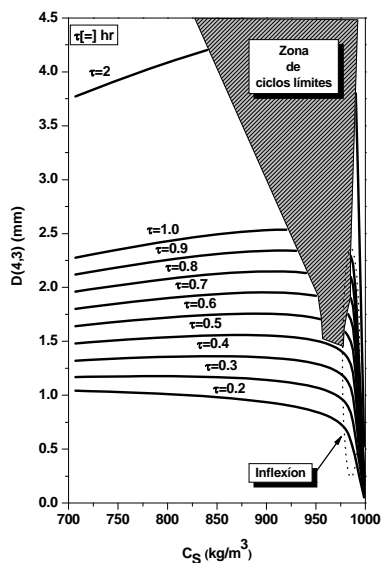


Fig. 7. Estudio estático de D(4,3) sobre la zona de ciclos límites para la operación por enfriamiento

más rápida en comparación con la respuesta de la dinámica de concentración en la fase continua, ya que la transferencia de masa en el proceso de cristalización de sulfato de amonio es lenta debido a efectos difusivos-convectivos (Osorio, 2004) por lo que es posible suponer que el tiempo que tarda en alcanzarse el estado estacionario de la temperatura del interior y que representa la parte dinámica del proceso y que el modelo no predice puede considerarse insignificante, por lo que el modelo es aceptable a partir del estado estacionario para cada temperatura de saturación dada. En esta zona, los cambios en la concentración de la fase continua (soluto) son útiles para explicar el crecimiento de los cristales.

Una de las variantes para el modelo en operación por enfriamiento es la de mantener constante la concentración de alimentación y tomar como variable manipulable la concentración de saturación ya que esta variable depende directamente de la temperatura de enfriamiento. De tal forma que si la temperatura de enfriamiento disminuye, la concentración de saturación también disminuirá de manera proporcional. Manipular la concentración de saturación de manera directa permite obtener un mejor control del proceso ya que ésta variable representa la fuerza impulsora para que los fenómenos fisicoquímicos tales como el crecimiento y la nucleación de los cristales se lleven a cabo.

Lugo (2005), citado por Quintana y col. (2007), determinó experimentalmente la curva de solubilidad para el sulfato de amonio en un intervalo de temperatura de 10 a 50 °C, obteniendo una correlación polinomial de tercer orden para el cálculo de la concentración de saturación en función de la temperatura.

Tabla 2. Valores máximos de D(4,3).

τ (h)	T_{enf} (°C)	C_S (kg/m ³)	D(4,3) (mm)
0.2	0	707	1.04233
0.3	29.7	780	1.17671
0.4	48.8	840	1.36215
0.5	60.4	880	1.55866
0.6	60.4	880	1.75665
0.7	65.9	900	1.95458
0.8	68.6	910	2.15025
0.9	68.6	910	2.34421
1.0	71.3	920	2.53625
2.0	48.8	840	4.20214

$$C_S = -4.5555 \cdot 10^{-8} T_{enf}^3 + 1.7244 \cdot 10^{-5} T_{enf}^2 + 1.9921 \cdot 10^{-3} T_{enf} + 0.70691 \quad (5)$$

6. Análisis estático del proceso a lazo abierto para la operación por enfriamiento

En la Fig. 7 se presenta la respuesta estática del cristalizador por enfriamiento en un intervalo de concentración de saturación de $707 \leq C_S \leq 998.6$ kg/m³ °C, correspondiente a una temperatura de enfriamiento de $0 \leq T_{enf} \leq 91.5$ °C.

Al igual que en la operación isotérmica existe una zona en donde aparecen los ciclos límites de acuerdo a los valores que se fijan para la concentración de saturación y tiempo de residencia. También, se observa que existe un punto de inflexión en el que a concentraciones de saturación cercanas a la concentración de alimentación ($C_0 = 1000$ kg/m³) la variable a controlar tiene una respuesta muy sensible, la cual aumenta proporcionalmente con respecto al tiempo de residencia, por lo que implementar una estrategia de control en esa zona sería difícil debido a su alta sensibilidad. Se observa también que para todos los tiempos de residencia (excepto para $\tau < 0.3$ h) hay un valor máximo de D(4,3) el cual le corresponde un valor de concentración de saturación ya que para $\tau < 0.3$ h la pendiente del proceso es negativa en todo momento tal que para todo valor de la concentración de saturación es inversamente proporcional al D(4,3). Por lo tanto no por enfriar o disminuir más la concentración de saturación del sistema se obtendrán cristales de mayor tamaño, lo anterior puede deberse a las limitaciones del modelo matemático empleado más que fenómenos físico-químicos e hidrodinámicos del proceso.

En la Tabla 2 se presentan los valores máximos de D(4,3) para cada tiempo de residencia y concentración de saturación y su correspondiente temperatura de enfriamiento. Cabe señalar que los valores máximos de D(4,3) se obtienen despreciando los valores en la zona de ciclos límites.

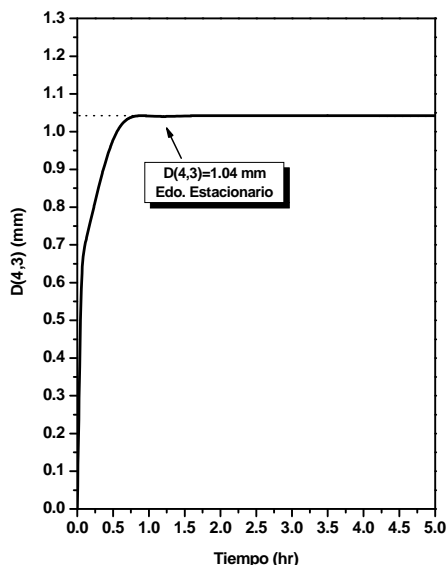


Fig. 8. Respuesta del proceso a lazo abierto para operación por enfriamiento con $\tau = 0.2$ h.

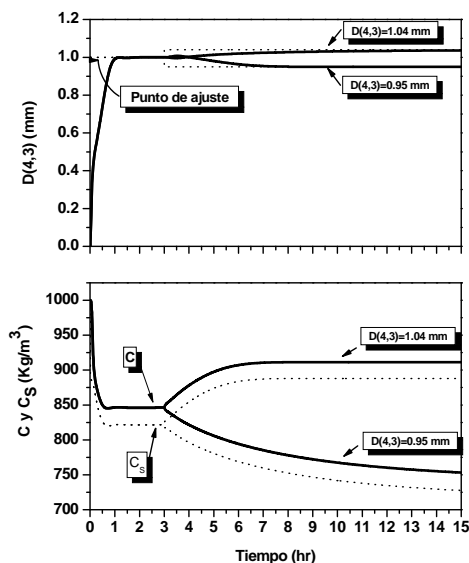


Fig. 9. Respuesta del proceso a lazo cerrado para operación por enfriamiento con $\tau = 0.2$ h.

7. Control bajo operación por enfriamiento

En la Fig. 8 se presenta la respuesta del proceso a lazo abierto considerando los valores del punto máximo para un $\tau = 0.2$ h correspondiéndole una $C_s = 707 \text{ kg/m}^3$ y $T_{\text{enf}} = 0 \text{ }^\circ\text{C}$. Se observa en la respuesta que el tiempo en alcanzarse el estado estacionario es de aproximadamente 2.2 h. El objetivo de control será básicamente el mismo que se planteó para la operación isotérmica, establecer un valor de punto de ajuste de $D(4,3) = 1 \text{ mm}$ aplicando un servocontrol retroalimentado con controlador PID sintonizado mediante las reglas IMC obtenidas por Skogestad (2003). Los parámetros de sintonía del controlador

fueron: $K_C=0.06375 \text{ kg/m}^3\text{mm}$, $\tau_i=1.2102 \times 10^{-4} \text{ hrs.}$ y $\tau_D=0.014 \text{ hrs.}$

Se observa en la Fig. 9 que la respuesta a lazo cerrado alcanza el valor del punto de ajuste en aproximadamente 1 h y posteriormente una vez estabilizado el proceso se le aplica al sistema una perturbación de tipo escalón positivo y negativo a las 3 horas del proceso. Los valores de las perturbaciones se hicieron hasta el punto en que el controlador se desestabilizaba, fijando como valor máximo para el escalón positivo un $D(4,3) = 1.04 \text{ mm}$ y para el escalón negativo un $D(4,3) = 0.95 \text{ mm}$.

A diferencia de la operación isotérmica, en la operación por enfriamiento se trabajó con un $\tau = 0.2$ h debido a que su respuesta en estado estático la ganancia del proceso no cambia de signo a partir del punto de inflexión.

Conclusiones

El esquema de control implementado es funcional bajo las condiciones de operación elegidas, sin embargo, el sistema isotérmico presenta dos puntos de inflexión y uno en la operación por enfriamiento, y en ambos casos se presentaron zonas de ciclos límites, que lo hacen muy inestable para la mayoría de las condiciones del proceso. Sin embargo, para cambios tipo escalón positivo y negativo en el punto de ajuste de magnitudes relativamente pequeñas y a tiempos de residencias menores de 6 h en el caso isotérmico, y menores de 3 h en la operación por enfriamiento, el controlador PID retroalimentado eliminó las desviaciones y las oscilaciones iniciales; alcanzándose en poco tiempo el punto de ajuste ($D(3,4) = 1 \text{ mm}$) (2.5 y 1 h, respectivamente) con respecto al proceso a lazo abierto (aproximadamente 10 y 2.2 h, respectivamente). El tiempo de residencia es muy importante en la estabilidad del proceso, por lo que es mejor trabajar con $\tau \leq 5$ h en la operación isotérmica y $\tau < 3$ h para la operación por enfriamiento.

Nomenclatura

- C concentración del soluto en equilibrio en la fase continua, kg m^{-3}
- C_0 concentración de alimentación de la fase continua, kg m^{-3}
- C_s concentración de sobresaturación, kg m^{-3}
- j valor resultante de la transformación de la EBP al modelo de momentos y número de momento de la DTC; $j = 1, 2, 3, \dots, n$ para cada momento
- k_1 constante, $\text{mm}^3\text{kg}^{-1}\text{h}^{-1}$.
- k_2 factor preexponencial de la tasa de nucleación, $\text{mm}^{-3}\text{h}^{-1}$
- $k_{2,\text{nom}}$ valor nominal del factor preexponencial, $\text{mm}^{-3}\text{h}^{-1}$
- k_3 constante
- t tiempo del proceso, h

T_{enf} Temperatura de enfriamiento; operación por enfriamiento, °C

Símbolos griegos

ρ densidad de la solución, kg m⁻³
 ρ_{nom} densidad nominal de la solución, kg m⁻³
 μ Momentos de la distribución de densidad de población, mmⁱ, i=1,2,3,...,n
 π constante; [valor aprox. 3.1416]
 τ tiempo de residencia, h

Agradecimientos

Los autores agradecen el financiamiento otorgado por el Fondo Mixto Conacyt – Gobierno del Estado de Veracruz (Fomix Veracruz), proyecto: 37571; Universidad Autónoma Metropolitana – Iztapalapa e Instituto Tecnológico de Orizaba.

Referencias

- Bolaños, R. E. (2000). Control y optimización de las condiciones de operación de cristalizadores batch por enfriamiento. *Tesis de Doctorado en Ciencias en Ingeniería Química. I.T. de Celaya*.
- Chiu, T. y Christofides, P. D. (1999). Nonlinear Control of Particulate Processes. *AIChE Journal* 45(6), 1279-1297.
- Christofides P. D. y Chiu T. Y. (2000). Robust control of particulate processes using uncertain population balance. *AIChE Journal*. 46(2), 266-280.
- Christofides P. D., Shi D., El-Farra N. H., Li M. y Mhaskar P. (2006). Predictive control of particle size distribution in particulate processes. *Chemical Engineering Science* 61, 266-280.
- Doherty M. F., Jeffrey D. W. y Duncan A. M. (2006). Choosing an operating policy for seeded batch crystallization. *AIChE Journal*. 52(6), 2046-2054.

- Jerauld, G. R., Vasatis, Y. y Doherty, M. F. (1983). Simple Conditions for the Appearance of Sustained Oscillations in Continuous Crystallizers. *Chemical Engineering Science* 38(10), 1675–1681.
- Lei S. J., Shinnar R. y Katz S. (1971). The stability and dynamic behavior of a continuous crystallizer with a fines trap. *AIChE Journal*, 17(6), 1459-1470.
- Lugo, J. R. (2005). Estudio para la determinación de la zona metaestable a través del análisis del proceso de nucleación para el sulfato de amonio. *Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química, Instituto Tecnológico de Celaya, México*.
- Ondrey, G. y Hairston, D. (2001). Crystallization: A melting pot. *Chemical Engineering*, 43-46.
- Osorio, R. R. (2004). Determinación de coeficientes de transferencia de masa aplicados a la cinética de crecimiento en cristalización de azúcar de caña. *Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química, Instituto Tecnológico de Orizaba, México*.
- Pathath, P. K. y Kienle A. (2003). Nonlinear Oscillations in Ammonium Sulfate Crystallization: A Comparison of Different Model Predictions. *Industrial and Engineering Chemistry Research* 42(26), 6949-6955.
- Quintana Hernández, P. A., Tututi Avila, S., Bolaños Reynoso, E., Salcedo Estrada, L. I. y Fierro González, J. C. (2007). Desarrollo de un algoritmo de control para el proceso de cristalización por enfriamiento usando lógica difusa. *Memorias del XXVIII AMIDIQ, México*.
- Skogestad, S. (2003). Simple analytic rules for model reduction and PID controller tuning. *Journal of Process Control* 13, 291-309.
- Srinivasakannan, C., Vasanthakumar, R., Iyappan, K. y Rao, P. G. (2002). A study on crystallization of oxalic acid in batch cooling crystallizer. *Chemical and Biochemical Engineering Quarterly* 16 (3) 125-129.