

## ANEXOS

### Anexo A. Datos experimentales

La Tabla A1 presenta los rendimientos acumulados obtenidos en las distintas corridas experimentales. Se evidencia que las extracciones realizadas bajo condiciones desfavorables, particularmente a bajas temperaturas, presentaron rendimientos considerablemente inferiores. En contraste, aquellas efectuadas en condiciones favorables, principalmente a temperaturas elevadas, mostraron un rendimiento notablemente superior. Es importante recordar que, en cada corrida, la presión del sistema se ajustó en función de la temperatura para mantener constante la densidad del CO<sub>2</sub>. Como resultado, una mayor temperatura implicó una mayor presión, y viceversa.

**Tabla A1.** Rendimiento acumulado de las corridas en función del tiempo.

| Corrida | Patrón<br>(T, $\tau$ , L/D) | 10 min | 20 min | 30 min | 40 min | 50 min | 60 min |
|---------|-----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 1       | — — +                       | 0.8%   | 1.5%   | 1.9%   | 2.3%   | 2.6%   | 2.8%   |
| 2       | 0                           | 0.5%   | 1.1%   | 1.8%   | 2.4%   | 3.1%   | 3.8%   |
| 3       | — + —                       |        | 0.5%   | 1.1%   | 1.5%   | 1.9%   | 2.2%   |
| 4       | + — +                       | 2.8%   | 5.2%   | 7.3%   | 8.5%   | 9.4%   | 9.8%   |
| 5       | 0                           | 0.4%   | 1.3%   | 2.1%   | 2.9%   | 3.6%   | 4.4%   |
| 6       | — — —                       | 0.7%   | 1.2%   | 1.6%   | 1.9%   | 2.2%   | 2.3%   |
| 7       | — + +                       |        | 0.5%   | 0.9%   | 1.2%   | 1.3%   | 1.6%   |
| 8       | + — —                       | 3.1%   | 6.2%   | 8.0%   | 9.1%   | 10.4%  | 11.1%  |
| 9       | + + —                       |        | 2.8%   | 4.9%   | 6.7%   | 8.7%   | 9.9%   |
| 10      | 0                           | 0.5%   | 1.4%   | 1.9%   | 2.5%   | 3.1%   | 3.8%   |
| 11      | + + +                       |        | 1.9%   | 3.4%   | 5.0%   | 6.7%   | 7.9%   |

### Anexo B. Análisis estadístico

Este anexo contiene información estadística complementaria al análisis estadístico. La Figura B1 presenta la evolución en el ajuste del modelo estadístico empleado para describir el rendimiento del proceso de extracción, considerando tanto el comportamiento de los datos ajustados como la distribución de los residuos.

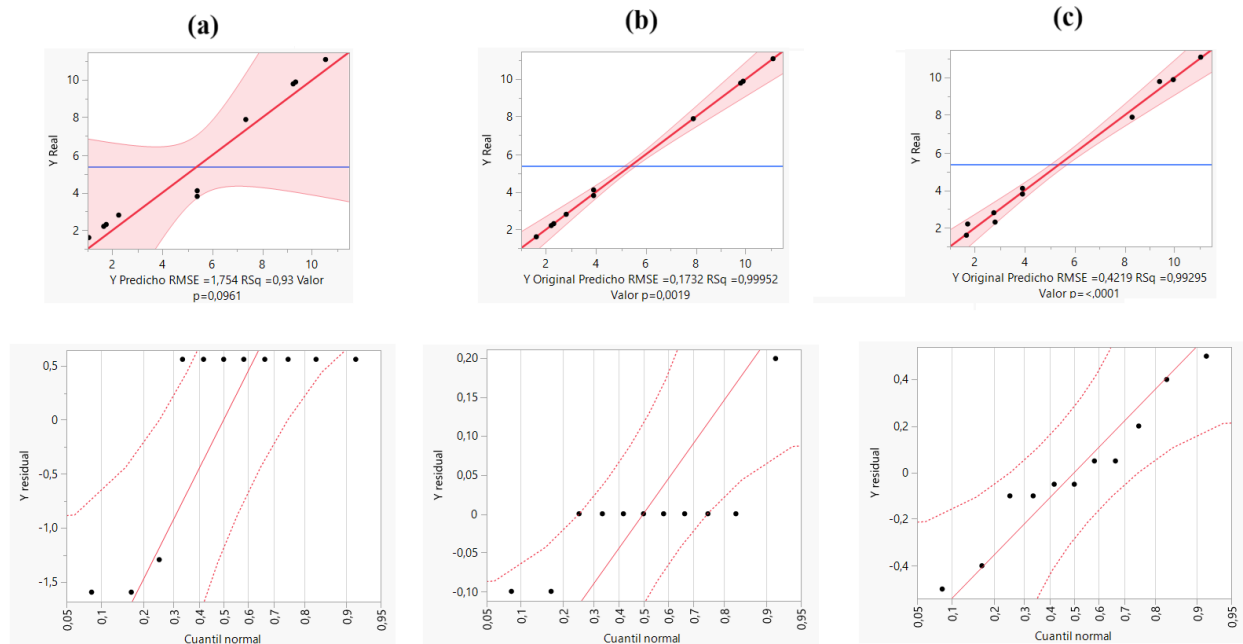


**Figura B1.** Evolución del ajuste y diagnóstico estadístico del modelo de superficie de respuesta para el rendimiento de extracción: **a)** modelo factorial completo sin refinar. **b)** modelo factorial completo con cruce TxT **c)** modelo refinado con cruce TxT y los factores más significativos.

La columna (a) corresponde al modelo factorial completo sin el término cuadrático de la temperatura ( $T \times T$ ). Aunque el  $R^2$  fue aceptable (0.93), el RMSE elevado (1.754) y la no normalidad de los residuos indicaron un ajuste deficiente. En (b) se incorporó  $T \times T$  al mismo modelo, lo que mejoró el  $R^2$  (0.9995) y redujo el RMSE (0.1732), sin embargo, los residuos no normales sugirieron sobreajuste. Finalmente, (c) presenta el modelo refinado, con  $T \times T$  y solo interacciones significativas. Este modelo mostró un buen ajuste ( $R^2 = 0.99295$ ; RMSE = 0.4219) y residuos más cercanos a la normalidad, siendo el más representativo del comportamiento experimental.

Adicionalmente, la Tabla B1 muestra los resultados de la prueba de efectos, la cual evalúa la significancia estadística de los factores mediante la prueba F de Fisher-Snedecor. Los resultados confirman que el diseño experimental cuenta con la potencia estadística necesaria para analizar adecuadamente los efectos de los factores estudiados. Se concluye que todos los factores principales (temperatura  $T$ , tiempo estático  $\tau$  y relación longitud/diámetro  $L/D$ ) son

estadísticamente significativos, al igual que las interacciones temperatura- relación L/D ( $T^*L/D$ ) y el término cuadrático ( $T^2$ ), dado que todos presentan valores de p inferiores a 0.05.

**Tabla B1.** Pruebas de los efectos.

| Fuente    | N Parámetros | Grados de libertad | Suma de cuadrados | Razón F  | Prob > F |
|-----------|--------------|--------------------|-------------------|----------|----------|
| T         | 1            | 1                  | 111.00500         | 623.6236 | <.0001*  |
| $\tau$    | 1            | 1                  | 2.42000           | 13.5955  | 0.0142*  |
| L/D       | 1            | 1                  | 1.44500           | 8.1180   | 0.0359*  |
| $T^* L/D$ | 1            | 1                  | 1.28000           | 7.1910   | 0.0437*  |
| $T^*T$    | 1            | 1                  | 9.16909           | 51.5117  | 0.0008*  |

### Anexo C. Análisis técnico y financiero preliminar

La Tabla C1 muestra la estimación de los costos directos, fijos y generales asociados a la operación de la planta piloto. Estos valores fueron calculados aplicando un porcentaje al capital de inversión fijo correspondiente a cada categoría de costo, tomando como referencia información suministrada por proveedores externos y por la empresa DidaControl SAS.

**Tabla C1.** Costos operativos de la planta piloto.

| Costos directos                                | COP/año          |
|------------------------------------------------|------------------|
| Materia prima                                  | \$ 1,951,960,248 |
| Alquiler                                       | \$ 48,000,000    |
| Servicios: energía, acueducto y alcantarillado | \$ 97,375,160    |
| Mano de obra                                   | \$ 334,193,436   |
| Supervisión                                    | \$ 83,548,359    |
| Mantenimiento y reparaciones                   | \$ 72,294,858    |
| Suministros de operación                       | \$ 14,458,972    |
| Laboratorio                                    | \$ 66,838,687    |
| Patentes y regalías                            | \$ 222,710,820   |
| Costos fijos                                   | COP/año          |
| Depreciación                                   | \$ 72,294,858    |
| Impuestos                                      | \$ 36,147,429    |
| Fabricación                                    | \$ 343,025,657   |
| Costos generales                               | COP/año          |
| Administración                                 | \$ 73,505,498    |
| Distribución y venta                           | \$ 742,369,400   |
| Investigación y desarrollo                     | \$ 185,592,350   |

La Tabla C2 presenta las condiciones de temperatura, presión y flujo de las corrientes representadas en el diagrama PFD del proceso. En los cálculos se consideró una pérdida estimada del 10 % de solvente durante la etapa de despresurización en cada corrida.

**Tabla C2.** Balance másico para el proceso esquematizado en el PFD.

| Corriente                                          | 1    | 2     | 3     | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    | 9     | 10    | 11   |
|----------------------------------------------------|------|-------|-------|------|------|------|------|------|-------|-------|------|
| <b>T (°C)</b>                                      | 25.0 | 25.0  | 0.0   | 21.9 | 65.0 | 36.9 | 65.0 | 25.0 | 65.0  | 31.0  | 31.0 |
| <b>P (psig)</b>                                    | 1000 | 1000  | 1000  | 6600 | 6600 | 1300 | 1300 | 1050 | 1050  | 1050  | 1050 |
| <b>M<sub>CO<sub>2</sub></sub><br/>(kg/corrida)</b> | 59.8 | 59.8  | 59.8  | 59.8 | 59.8 | 53.8 | 53.8 | 0,00 | 53.8  | 53.8  | 53.8 |
| <b>M<sub>extracto</sub><br/>(kg/corrida)</b>       | 0    | 0     | 0     | 0    | 0    | 0.65 | 0.65 | 0.65 | 0     | 0     | 0    |
| <b>M<sub>refrigerante</sub><br/>(kg/corrida)</b>   | 0    | 598.0 | 598.0 | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 538.2 | 538.2 | 0    |

Por su parte, la Tabla C3 muestra el balance energético en los puntos de referencia del sistema, definidos por sus respectivas condiciones de temperatura y presión. A partir de bases de datos termodinámicas, se determinaron las entalpías en cada punto, lo que permitió calcular los diferenciales de entalpía y, con ello, la energía requerida en cada etapa del proceso.

**Tabla C3.** Balance energético para el proceso esquematizado en el PFD.

| Cambio de estado | Proceso                       | $\Delta P$ (psi) | $\Delta T$ (°C) | $\Delta h$<br>(kJ/kg) | Energía<br>requerida (kJ) |
|------------------|-------------------------------|------------------|-----------------|-----------------------|---------------------------|
| 1 - 2            | Cilindro CO <sub>2</sub>      | 0                | 0               | 0,0                   | 0                         |
| 2 - 3            | Enfriamiento                  | 0                | -25             | -72.6                 | -4344                     |
| 3 - 4            | Bombeo                        | 5600             | 22              | 38.8                  | 2318                      |
| 4 - 5            | Calentamiento                 | 0                | 43              | 76.8                  | 4595                      |
| 5 - 6            | Extracción                    | -5300            | -28             | 0.0                   | 0                         |
| 6 - 7            | Calentamiento                 | 0                | 28              | 141.7                 | 8472                      |
| 7 - 8            | Separación                    | -250             | -40             | -187.2                | 0                         |
| 7 - 9            | Recirculación CO <sub>2</sub> | -250             | 0               | 22.3                  | 1331                      |
| 9 - 10           | Enfriamiento                  | 0                | -34             | -94.2                 | -5634                     |
| 10 - 11          | Compresión                    | 0                | 0               | 0.0                   | 0                         |
| 11 - 2           | Reservorio                    | -50              | -6              | -112.7                | -6739                     |
| <b>Total</b>     |                               |                  |                 |                       | 0                         |