

VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3

SENSIBILIDAD

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN

	Potencia UI/g	109.398	Peso ref. en mg	70.1	teóricoUI/ capsula	66.66
Peso muestra mg	Área de la muestra	Área estándar	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada	INTERVALO DE CONFIANZA INDIVIDUAL	
6.0256	44.000	44.000			n	3
6.0536	42.000				t _(0,025;6) =	2.447
					s =	
Promedio					t*s=	
Desviación Estándar s					LS =	
%CV					LI =	
CRITERIO DE DECISIÓN:			Coeficiente de variación (CV) de las respuestas debe ser menor del 3%			
RESULTADO:			Conclusión: El coeficiente de variación MENOR del 3% indica que existe reproducibilidad a una concentración de 0,316 ug/ml			

VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3

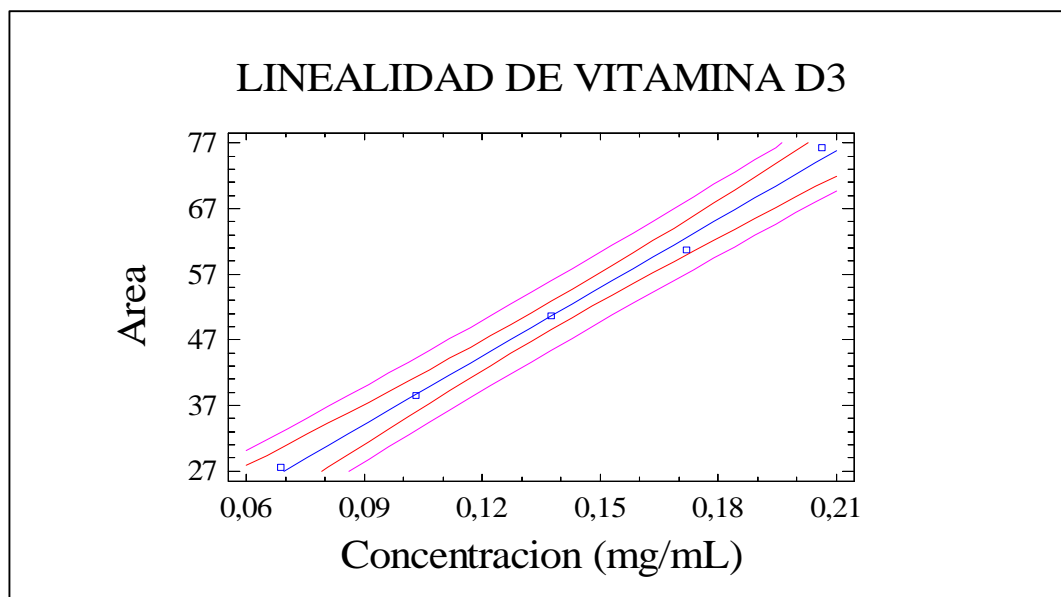
DATOS PRIMARIOS PARA LINEALIDAD

X	Y
mg/ml	Área
0.0688	
0.1032	
0.1376	
0.1720	
0.2064	

	CONCENTRACION				
	50	75	100	125	150
Promedio	27.399	38.298	50.350	61.005	76.347
s	27.276	38.787	50.835	61.210	76.051
CV (%)	27.754	38.052	50.598	59.922	76.294

Coefficiente de correlación

$r =$



ANÁLISIS DE REGRESIÓN

TEST DE LINEALIDAD

$Y = a + bX$ Y = respuesta a= intercepto b =pendiente X = Concentración

DATOS	x Concentración mg/ml	Y Área de la muestra	xy	x ²	Y ²	b	a	n
1	0.0688							
2	0.1032							
3	0.1376							
4	0.1720					r	r ²	
5	0.2064							
SUMA X								
promedioX								
T Exp:								

TEST DE LINEALIDAD PARA LA PENDIENTE			
s ² y,x =		LÍMITES DE CONFIANZA	
s ² b=		t _(0,025;3)	3.182
sb=		t*sb=	
t _{exp} :		Ls =	
t _{exp} > T _{Tabla}		LI =	

TEST DE LINEALIDAD PARA EL INTERCEPTO			
S ² a=		t _(0,025;3)	3.182
Sa=		t*Sa =	
t _{exp} :		LS =	
Sa real (%) =		LI =	
t _{exp} < T _{Tabla}			
CRITERIO DE DECISIÓN		a: Los límites superior e inferior deben incluir el cero	
Conclusión y resultados			
CRITERIO DE DECISIÓN		b: El valor de b debe ser diferente de cero	
Conclusión y resultados			

TEST DE LINEALIDAD POR CV DE LOS FACTORES DE RESPUESTA		
X	Y	F (y/x)
0.0688		
0.1032		
0.1376		
0.1720		
0.2064		
MEDIA		
DESVEST		
CV		
CRITERIO DE DECISIÓN		CV < 5%
Resultado y conclusión		

VALIDACION MÉTODO ANALITICO PARA VITAMINA D3						
REPETIBILIDAD				Analista 1		
potencia UI/mg		Peso ref. en mg		Peso promedio caps 540 mg		
109.398		70.7		teórico UI/capsula 66.66		
Peso muestra g	Área de la muestra	Área de ref.	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada	INTERVALO DE CONFIANZA INDIVIDUAL	
6.0379	43.290	44.576			$t_{(0,025;6)} =$	2.447
6.0379	43.607				s =	
6.0379	43.158				t*s=	
6.0379	43.276				LS =	
6.0379	43.474				LI =	
Promedio						
Desviación Estándar s						
%CV						
INTERVALO DE CONFIANZA PARA LA MEDIA						
n =	5	CRITERIO DE DECISIÓN:				
$t_{(0,025;6)} =$	2.447					
s =		Coeficiente de variación (CV) de las respuestas debe ser menor del 3%				
t*s//Raíz(n)						
LS =		RESULTADO Y CONCLUSIONES				
LI =						

**VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3
CÁLCULOS EN LOTES DE PRUEBA PARA REPRODUCIBILIDAD**

Analista 1	día 1	Potencia UI/mg:		109.398	teórico UI/capsulas: 66.66		
FECHA	05-01-06	Peso St	Peso muestra g	Área de la muestra	Área estándar	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada
vitamina D3	100%	70.7	6.0379	43.290	44.576		
			6.0379	43.607			
			6.0379	43.158			
					Promedio		
					s		
					CV		

Analista 1	día 2	Peso St	Peso muestra g	Área de la muestra	Área estándar	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada
FECHA	06-01-06	70.5	6.1254	43.474	44.711		
vitamina D3	100%		6.1254	43.411			
			6.1254	43.236			
					Promedio		
					s		
					CV		

**VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3
CÁLCULOS EN LOTES DE PRUEBA PARA REPRODUCIBILIDAD**

Potencia UI/mg: 109.398	teórico UI/capsulas: 66.66
-------------------------	----------------------------

Analista 2	día 1	FECHA	Peso St	Peso muestra mg	Área de la muestra	Área estándar	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada
vitamina D3	100%	05-01-06	70.4	6.0506	43.276	44.711		
				6.0506	43.474			
				6.0506	43.137			
						Promedio		
						s		
						CV		

Analista 2	día 2	FECHA	Peso St	Peso muestra mg	Área de la muestra	Área estándar	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada
vitamina D3	100%	06-01-06	70.2	6.0956	43.842	44.711		
				6.0956	43.474			
				6.0956	43.448			
						Promedio		
						s		
						CV		

**VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3
PRECISIÓN INTERMEDIA**

ANALISTA 1

ENSAYO	día 1		día 2	
	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada
1				
2				
3				
	Promedio			
	Desviación Estándar			
	% CV			

ANALISTA 2

ENSAYO	día 1		día 2	
	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada
1				
2				
3				
	Promedio			
	desviación estándar			
	% CV			

**VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3
COMPARACIÓN PARA REPRODUCIBILIDAD Y PRECISIÓN INTERMEDIA**

	ANALISTA 1	ANALISTA 2	Decisión: Como el coeficiente de variación de la reproducibilidad de cada uno de los analistas es inferior a 2 veces el coeficiente de variación de la repetibilidad, se concluye que existe precisión intermedia, y reproducibilidad del método.
Promedio			
desviación estándar			
% CV			
CV repetibilidad			
2*CV			

VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3
CÁLCULOS EN LOTES DE PRUEBA PARA EXACTITUD

Potencia UI/g

109.398

Cantidad rotulada (UI/cap)

66.66

Producto terminado	Concentración	FECHA	Peso St	Peso muestra g	Área de la muestra	Área estándar	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada
vitamina D3	50%	05-01-06	70.5	6.1125	21.703	44.404		
				6.1125	21.870			
				6.1125	21.885			
				Promedio				
				s				
				CV				
vitamina D3	100%	05-01-06	70.5	6.0596	43.425	44.404		
				6.0596	43.287			
				6.0596	43.373			
				Promedio				
				s				
				CV				
vitamina D3	150%	05-01-06	70.5	6.1335	65.191	44.404		
				6.1335	64.775			
				6.1335	64.939			
				Promedio				
				s				
				CV				

2

2.5

**VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3
EXACTITUD**

Concentración.	Área M1 UI/caps	Área M2 UI/caps	Área M3 UI/caps	Promedio	s	s ²	CV	Área
Teórico50	21.70	21.87	21.89					21.70
								21.87
	% equiv -->							21.89
Teórico100	43.43	43.29	43.37					43.43
								43.29
	% →							43.37
Teórico 150	65.19	64.78	64.94					65.19
								64.78
	% →							64.94

Porcentaje teórico	Resultados como % recuperación (R)		
50%			
100%			
150%			
Recuperación media (R)		Criterio = $t_{exp} < t_{tab}$ Resultado	
Desviación estándar (s)			
Coefficiente de variación (% CV)			
Valor teórico esperado	100		
factor *			
t _{exp}			
t _{tab} =	2.306		
n =	9		

t_(0,025;8) de las tablas con p =0,05 y grados de libertad n-1 = 8 ∴ 2.306

$$t_{exp} = (100-R)^{1/n} / CV$$

VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3

test de Cochran analista 1

x conc. teórica	y de la cantidad	%	xy	x ²	y ²	f (y/x)	promedio	Desviación estandar	varianza s ²
50									
50									
50									
100									
100									
100									
150									
150									
150									

G_{tabla} (alfa 0,05, K =3, n =3)=

0.8709

G exp.

CRITERIO DE DECISIÓN	RESULTADO
G exp. < G _{tabla} significa que las varianzas de las concentraciones son homogéneas y que el factor de concentración no tiene influencia en la variabilidad de los resultados	

VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3
SENSIBILIDAD
LÍMITE DE DETECCIÓN

	Potencia UI/g	109.398	Peso ref. en mg	70.1	teórico UI/capsula	66.66
Peso muestra g	Área de la muestra	Área estándar	UI vitamina D3/capsula	% equiv. de la cantidad rotulada	INTERVALO DE CONFIANZA INDIVIDUAL	
6.0256	0.573	44.506			n	3
6.0256	0.665				t _(0,025;6) =	2.447
					s =	
Promedio					t*s=	
Desviación Estándar s					LS =	
%CV					LI =	
CRITERIO DE DECISIÓN:			Coeficiente de variación (CV) de las respuestas debe ser menor del 3%			
RESULTADO:			Conclusión: El coeficiente de variación MAYOR del 3% indica que NO existe repetibilidad, pero SI DETECCIÓN a una concentración de 0,158 ug/mL			