

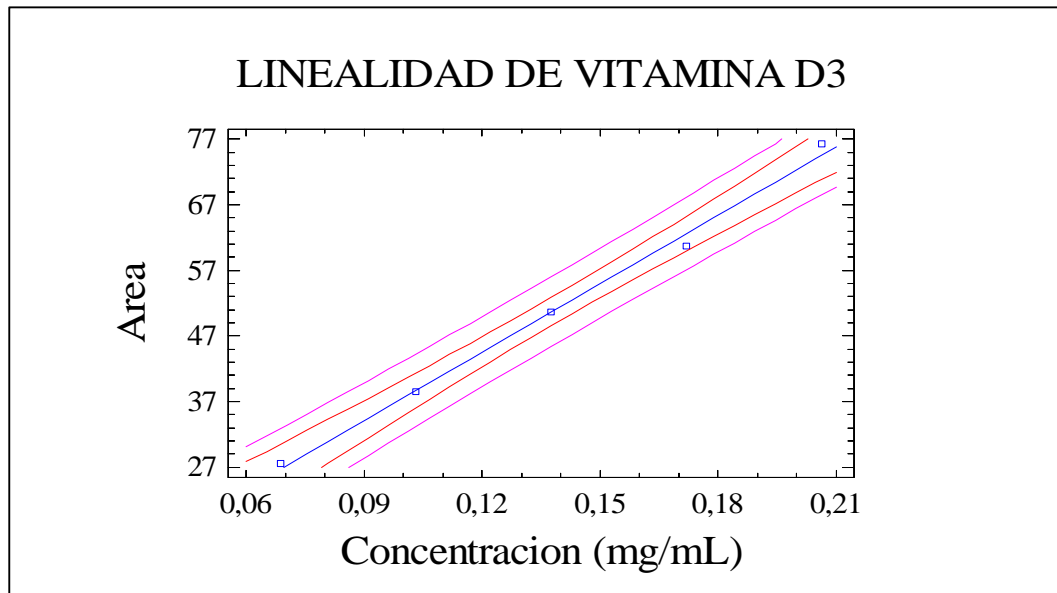
## VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3

### DATOS PRIMARIOS PARA LINEALIDAD

X	Y
mg/ml	Área
0.0688	27.476
0.1032	38.379
0.1376	50.594
0.1720	60.712
0.2064	76.231

		CONCENTRACIÓN				
		50	75	100	125	150
		27.399	38.298	50.350	61.005	76.347
		27.276	38.787	50.835	61.210	76.051
		27.754	38.052	50.598	59.922	76.294
Promedio		<b>27.476</b>	<b>38.379</b>	<b>50.594</b>	<b>60.712</b>	<b>76.231</b>
s		0.203	0.305	0.198	0.565	0.129
CV (%)		<b>0.738</b>	<b>0.796</b>	<b>0.391</b>	<b>0.931</b>	<b>0.169</b>

r= 0.9975699



## 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 <sup>2</sup>	Y <sup>2</sup>	b	a	n
1	0.0688	27.476	1.8903717	0.0047334	754.9489	<b>369.862</b>	<b>0.38808</b>	<b>5</b>
2	0.1032	38.379	3.9607128	0.0106502	1472.9476			
3	0.1376	50.594	6.9617803	0.0189338	2559.7866	<b>r</b>	<b>r<sup>2</sup></b>	
4	0.1720	60.712	10.4425213	0.0295840	3685.9874			
5	0.2064	76.231	15.7340096	0.0426010	5811.1145	0.9975699	0.995146	
SUMA X	0.30960	116.4497	12.812865	0.034317	4787.68310			
promedioX	0.138	50.679						
T Exp:	24.79928							

TEST DE LINEALIDAD PARA LA PENDIENTE			
S <sup>2</sup> <sub>Y,X</sub> =	1.1667	LÍMITES DE CONFIANZA	
S <sup>2</sup> <sub>b</sub> =	77.027	t <sub>(0,025;3)</sub>	3.182
sb =	8.7765	t*sb =	27.9268
t <sub>exp</sub> :	42.142	Ls =	397.789
t <sub>exp</sub> > T <sub>Tabla</sub>	<b>Cumple</b>	LI =	341.9352

TEST DE LINEALIDAD PARA EL INTERCEPTO			
S <sup>2</sup> <sub>a</sub> =	1.47663	t <sub>(0,025;3)</sub>	3.182
Sa =	1.21517	t*Sa =	3.867
t <sub>exp</sub> :	0.31937	LS =	4.255
Sa real (%) =	313.12036	LI =	-3.479
t <sub>exp</sub> < T <sub>Tabla</sub>	<b>Cumple</b>		
CRITERIO DE DECISIÓN	a: Los límites superior e inferior deben incluir el cero		
Conclusión y resultados	<b>existe linealidad</b>		
CRITERIO DE DECISIÓN	b: El valor de b debe ser diferente de cero		
Conclusión y resultados	<b>existe linealidad</b>		

TEST DE LINEALIDAD POR CV DE LOS FACTORES DE RESPUESTA		
X	Y	F (y/x)
0.0688	27.476	399.37
0.1032	38.379	371.89
0.1376	50.594	367.69
0.1720	60.712	352.98
0.2064	76.231	369.33
<b>MEDIA</b>	372.252	
<b>DESVEST</b>	16.8530	
<b>CV</b>	4.527	
ERIO DE DECISIÓN	CV < 5%	
ultado y conclusión		
Cumple el test de linealidad		

**VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3**

<b>REPETIBILIDAD</b>					Analista 1	
potencia UI/mg		109.398	Peso ref. en mg	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	<b>INTERVALO DE CONFIANZA INDIVIDUAL</b>	
6.0379	43.290	44.576	67.42620	101.15	t <sub>(0,025;6)</sub> =	2.447
6.0379	43.607		67.91994	101.89	s =	0.416
6.0379	43.158		67.22060	100.84	t*s=	1.02
6.0379	43.276		67.40439	101.12	LS =	102.33
6.0379	43.474		67.71278	101.58	LI =	100.30
Promedio	43.361		67.5368	<b>101.32</b>		
Desviación Estándar s	0.1780		0.27727	<b>0.416</b>		
%CV	0.4105		0.4105	<b>0.4105</b>		
<b>INTERVALO DE CONFIANZA PARA LA MEDIA</b>						
n =	5	CRITERIO DE DECISIÓN:				
t <sub>(0,025;6)</sub> =	2.447					
s =	0.4159	Coeficiente de variación (CV) de las respuestas debe ser menor del 3%				
t*s//Raíz(n)	0.4552					
LS =	<b>101.77</b>	<b>RESULTADO Y CONCLUSIONES</b>				
LI =	100.86	<b>CUMPLE</b>				

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

<b>Analista 1</b>	dia 1	<b>Potencia UI/mg:</b>		109.398	<b>teórico UI/capsulas: 66.66</b>		
FECHA	05-01-06	<b>Peso St</b>	<b>Peso muestra g</b>	<b>Área de la muestra</b>	<b>Área estándar</b>	<b>UI vitamina D3/capsula</b>	<b>% equiv. de la cantidad rotulada</b>
<b>vitamina D3</b>	100%	70.7	6.0379	43.290	44.576	67.42620	101.15
			6.0379	43.607		67.91994	101.89
			6.0379	43.158		67.22060	100.84
					<b>Promedio</b>	<b>67.5220</b>	<b>101.29</b>
					<b>s</b>	0.3594	0.539
					<b>CV</b>	0.5323	0.532

<b>Analista 1</b>	día 2	<b>Peso St</b>	<b>Peso muestra g</b>	<b>Área de la muestra</b>	<b>Área estándar</b>	<b>UI vitamina D3/capsula</b>	<b>% equiv. de la cantidad rotulada</b>
FECHA	06-01-06	70.5	6.1254	43.474	44.711	67.71278	101.58
<b>vitamina D3</b>	100%		6.1254	43.411		67.61466	101.43
			6.1254	43.236		67.34209	101.02
					<b>Promedio</b>	<b>67.5570</b>	<b>101.35</b>
					<b>s</b>	0.1921	0.288
					<b>CV</b>	0.2843	0.284

**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	66.77526	100.17
				6.0506	43.474		67.08078	100.63
				6.0506	43.137		66.56079	99.85
						<b>Promedio</b>	<b>66.8060</b>	<b>100.22</b>
						<b>s</b>	0.2613	0.392
						<b>CV</b>	0.3912	0.391

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	67.14920	100.73
				6.0956	43.474		66.58556	99.89
				6.0956	43.448		66.54574	99.83
						<b>Promedio</b>	<b>66.7600</b>	<b>100.15</b>
						<b>s</b>	0.3375	0.506
						<b>CV</b>	0.5055	0.506

**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	67.42620	101.14941	67.71278	101.57933
2	67.91994	101.89010	67.61466	101.43213
3	67.22060	100.84098	67.34209	101.02323
	Promedio	101.293	67.557	101.345
	Desviación Estándar	0.539	0.192	0.288
	% CV	0.532	0.284	0.284

**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	66.77526	100.17291	67.14920	100.73387
2	67.08078	100.63123	66.58556	99.88834
3	66.56079	99.85116	66.54574	99.82860
	Promedio	100.22	66.76	100.15
	desviación estándar	0.392	0.337	0.506
	% CV	0.391	0.506	0.506

**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.
	101.15	100.17	
	101.89	100.63	
	100.84	99.85	
	101.58	100.73	
	101.43	99.89	
	101.02	99.83	
Promedio	101.32	100.18	
desviación estándar	0.388	0.407	
% CV	0.383	0.406	
CV repetibilidad	0.4105	0.4105	
2*CV	0.821	0.821	

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	33.4254	100.29
				6.1125	21.870		33.6826	101.06
				6.1125	21.885		33.7057	101.13
				<b>Promedio</b>			<b>33.6050</b>	<b>100.82</b>
				<b>s</b>			<b>0.1556</b>	<b>0.467</b>
				<b>CV</b>			<b>0.4630</b>	<b>0.463</b>
				vitamina D3	100%	05-01-06	70.5	6.0596
6.0596	43.287		66.6675					100.01
6.0596	43.373		66.8000					100.21
<b>Promedio</b>			<b>66.9770</b>					<b>100.48</b>
<b>s</b>			<b>0.4267</b>					<b>0.640</b>
<b>CV</b>			<b>0.6371</b>					<b>0.637</b>
vitamina D3	150%	05-01-06	70.5					6.1335
				6.1335	64.775		99.4202	99.43
				6.1335	64.939		99.6719	99.68
				<b>Promedio</b>			<b>99.7170</b>	<b>99.73</b>
				<b>s</b>			<b>0.3216</b>	<b>0.322</b>
				<b>CV</b>			<b>0.3225</b>	<b>0.323</b>



**VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3  
EXACTITUD**

Concentración.	Area M1 UI/caps	Area M2 UI/caps	Area M3 UI/caps	Promedio	s	s <sup>2</sup>	CV	Área
<b>Teórico50</b>	21.70	21.87	21.89					21.703
	33.42540	33.68260	33.70570	<b>33.605</b>				21.870
% equiv -->	100.286	101.06	101.13	<b>100.824</b>	0.4668	0.2179	0.463	21.885
<b>Teórico100</b>	43.43	43.29	43.37					43.425
	67.46392	66.66752	66.79997	<b>66.977</b>				43.287
% →	101.206	100.011	100.210	<b>100.476</b>	0.6402	0.40981	0.637	43.373
<b>Teórico 150</b>	65.19	64.78	64.94					65.191
	100.05873	99.42023	99.67194	<b>99.717</b>				64.775
% →	100.069	99.430	99.682	<b>99.727</b>	0.3217	0.10346	0.323	64.939

Porcentaje teórico	Resultados como % recuperación (R)		
50%	100.29	101.06	101.13
100%	101.21	100.01	100.21
150%	100.07	99.43	99.68
Recuperación media (R)	100.34	<b>Criterio = <math>t_{exp} &lt; t_{tab}</math></b>  <b>Resultado</b>  <b>cumple test para exactitud</b>	
Desviación estándar (s)	0.6469		
Coficiente de variación (% CV)	0.6446		
Valor teórico esperado	100		
factor *	<b>1.003422</b>		
$t_{exp}$	-1.5923		
$t_{tab} =$	2.306		
n =	9		

$t_{(0,025;8)}$  de las tablas con  $p = 0,05$  y grados de libertad n - 1 = 8  $\therefore$  2.306

$$t_{exp} = (100-R) \cdot \sqrt{n} / CV$$

### VALIDACIÓN MÉTODO ANALÍTICO PARA VITAMINA D3

#### test de Cochran analista 1

x conc. teórica	y % de la cantidad	xy	x <sup>2</sup>	y <sup>2</sup>	f (y/x)	promedio	Desviación estandar	varianza s <sup>2</sup>
50	100.29	5014	2500	10057.3266	2.006	2.017	0.0093	0.0000863
50	101.06	5053	2500	10212.7001	2.021			
50	101.13	5056	2500	10226.7141	2.023			
100	101.21	10121	10000	10242.6541	1.0120	1.005	0.00643	0.0000413
100	100.01	10001	10000	10002.2567	1.0000			
100	100.21	10021	10000	10042.0400	1.0020			
150	100.07	15010	22500	10013.7511	0.667	0.665	0.00200	0.0000040
150	99.43	14915	22500	9886.3584	0.663			
150	99.68	14952	22500	9936.4832	0.665			

Gtabla (alfa 0,05, K =3, n =3)= 0.8709

G exp. **0.6557**

CRITERIO DE DECISIÓN	RESULTADO
G exp. < Gtabla significa que las varianzas de las concentraciones son homogéneas y que el factor de concentración no tiene influencia en la variabilidad de los resultados	<b>CUMPLE</b>

**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
<b>Peso muestra g</b>	<b>Área de la muestra</b>	<b>Área estándar</b>	<b>UI vitamina D3/capsula</b>	<b>% equiv. de la cantidad rotulada</b>	<b>INTERVALO DE CONFIANZA INDIVIDUAL</b>	
6.0256	0.573	44.506	8.88101	13.32	n	3
6.0256	0.665		10.30693	15.46	t <sub>(0,025;2)</sub> =	4.30265
6.0256	1.665		25.80608	38.71		
					s =	14.082
<b>Promedio</b>	0.97		14.99801	22.50	t*s=	60.591
<b>Desviación Estándar s</b>	0.61		9.38718	14.0822	LS =	83.09
<b>%CV</b>	62.59		62.5895	62.5895	LI =	-38.09
CRITERIO DE DECISIÓN:			Coeficiente de variación (CV) de las respuestas debe ser menor del 3%			
RESULTADO:			<b>62.590</b>	Conclusión: El coeficiente de variación		

**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
<b>Peso muestra mg</b>	<b>Área de la muestra</b>	<b>Área estándar</b>	<b>UI vitamina D3/capsula</b>	<b>% equiv. de la cantidad rotulada</b>	<b>INTERVALO DE CONFIANZA INDIVIDUAL</b>	
6.0256	43.265	44.000	67.82822	101.75	n	3
6.0536	42.000		65.84503	98.78	$t_{(0,025;2)} =$	4.30265
6.0536	42.000		65.84503	98.78		
					s =	2.104
<b>Promedio</b>	42.42		66.83663	100.26	$t*s=$	9.051
<b>Desviación Estándar s</b>	0.73		1.40233	2.1037	LS =	109.32
<b>%CV</b>	1.72		2.0981	2.0981	LI =	91.21
<b>CRITERIO DE DECISIÓN:</b>			Coeficiente de variación (CV) de las respuestas debe ser menor del 3%			
<b>RESULTADO:</b>			<b>2.098</b>	<b>Conclusión:</b> El coeficiente de variación		