

**DOSSIER ANALYTIQUE : 178/07-1**  
**Prélèvement n°995474 du 20/07/2006**  
**UCI**

**TDF 2006 : 17<sup>ème</sup> étape à Morzine**

**T/E =11.4**

**USADA 0001**

## LIST OF CONTENT

<b>SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART</b>		<b>pages 1-22</b>
Summary of analyses		1
Internal chain of custody of sample A and sample A related aliquots		3
Identification of sample n°995474		18
Documentation of receipt of intact samples		20
Analytical deviation		22
<b>SECTION 2 : TECHNICAL PART</b>		<b>pages 23-173</b>
2.1. Immunological screening		23-30
List of screening analyses, method and preparative form, description of analysis		23
Screening data		30
- Sample A995474		30
2.2. Natural hormone screening		31-64
List of screening analyses, method and preparative form, description of analysis		31
Screening data		46
- Negative aliquot		46
- Sample A995474		49
- Positive aliquot		55
Data on instrument performances		58
Result form		63
2.3. Second analysis for confirmation of T/E ratio (aliquot with hydrolysis)		65-92
List of confirmation analyses, method and preparative form, description of analysis		65
Confirmation data		81
- Negative aliquot		81
- Sample A995474		82
- Positive aliquot		85
Data on instrument performances		88
Result form		92
2.4. Confirmation analysis by GC/C/IRMS		93-175
List of confirmation analyses, method and preparative form		93
2.4.1. GC/MS analysis		113
Description of GC/MS analysis		113
GC/MS analysis data: Negative aliquot and Sample A995474 for each fraction		119
Data on instrument performances		135
Result form		138
2.4.2. Isotopic ratio analysis		142
Description of GC/C/IRMS analysis		142
Isotopic ratio analysis data: Negative aliquot and Sample A995474 for each fraction		145
Data on instrument performances		163
Result form		174
<b>SECTION 3 : Certificate of analysis n°28423</b>		<b>pages 176-177</b>
<b>ANNEXES</b>		<b>pages 178-207</b>
Reanalysis sheet		178
First analysis for confirmation of T/E ratio according to 2.3 plus an aliquot of sample A995474 without hydrolysis		179

**FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES**

N° de laboratoire :	<u>18 178107</u>	N° échantillon :	<u>995174</u>
Produit(s) confirmé(s) :	<u>T/E</u>		
pH mesuré en conf :	<u>5.22</u>	Densité affichée en conf :	<u>1.025</u>
		Réfractomètre n° :	<u>2</u>
		* Densité corrigée :	<u>1.025</u>

Essai n° :	<u>EC</u>	Version :	
Mode opératoire de préparation :	<u>M-EX-</u>	Version :	
Mode opératoire d'analyse :	<u>M-AN-</u>	Version :	
CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>	CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>

Essai n° :	<u>EC 94D</u>	Version :	<u>E</u>
Mode opératoire de préparation :	<u>M-EX-04B</u>	Version :	<u>C</u>
Mode opératoire d'analyse :	<u>M-AN-27</u>	Version :	
CG/SM (SIM) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>
CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>		
Concentration estimée :	<u>T/E = 11.4 Testo: 61.1 ng/ml Epi: 5.2 ng/ml</u>		
* Concentration corrigée :	<u>Testo: 45.1 ng/ml Epi: 3.9 ng/ml</u>		

Essai n° :		Version :	
Mode opératoire de préparation :		Version :	
Mode opératoire d'analyse :	<u>M-AN-</u>	Version :	
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée :			
* Seuil corrigé :			

ES02 -BBS (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input checked="" type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input checked="" type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		

Code opérateur de l'analyste :	<u>18 / 28</u>	Code opérateur du responsable :	<u>18</u>
Date et paraphe :	<u>22/10/06</u> <u>24/07/06</u>	Date et paraphe :	<u>24/10/06</u>
Hors portée d'accréditation :	<input type="checkbox"/>		
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :			

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

**FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES**

**ECHANTILLON**

N° de laboratoire :	<input type="text" value="178107"/>	N° échantillon :	<input type="text" value="995474"/>
Produit(s) confirmé(s) :	<input type="text" value="Analyse isotopique 13C/12C"/>		
pH mesuré en conf :	<input type="text" value="5,226"/>	Densité affichée en conf :	<input type="text" value="1,025"/>
		Réfractomètre n° :	<input type="text" value="2"/>
		* Densité corrigée :	<input type="text" value="1,025"/>

**CONFIRMATION QUALITATIVE**

Essai n° :	<input type="text" value="EC 31"/>		
Mode opératoire de préparation :	<input type="text" value="M-EX-24"/>	Version :	<input type="text" value="C"/>
Mode opératoire d'analyse :	<input type="text" value="M-AN-52/41"/>	Version :	<input type="text" value="A/B"/>
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>	CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>

**CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE**

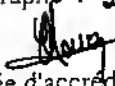

Essai n° :	<input type="text" value="EC"/>		
Mode opératoire de préparation :	<input type="text" value="M-EX-"/>	Version :	<input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<input type="text" value="M-AN-"/>	Version :	<input type="text"/>
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>
CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>	Concentration estimée: <input type="text"/>	
* Concentration corrigée: <input type="text"/>			

**CONFIRMATION QUANTITATIVE**

Essai n° :	<input type="text"/>		
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version :	<input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<input type="text" value="M-AN-"/>	Version :	<input type="text"/>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée: <input type="text"/>			
* Seuil corrigé : <input type="text"/>			

**IDENTIFIANT RAPIDE**

ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		

Code opérateur de l'analyste : <input type="text" value="49"/>	Code opérateur du responsable : <input type="text" value="10"/>
Date et paraphe : <input type="text" value="24/07/06"/> 	Date et paraphe : <input type="text" value="24/07/06"/> 
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée : <input type="text"/>	

*Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation*

\* à remplir par le responsable

Codification : E-TE-06  
Version : B

Date : 13/07/2005

ENREGISTREMENT

SUIVI DE LA CONSERVATION DES ECHANTILLONS  
Screening ou Confirmation (barrer le mention inutile)

LNDD

N° Labo  
178/07

90417

90418

90419

90417 90418 90419  
15/07/05 15/07/05 15/07/05

Numero Labo: 178/07    Medecin: BORDABE    Preleveur: Berlinger    Nbre: 3

Sport: Cyclisme (UCI)

Epreuve (F.L): TDF 2006 etape 11 a Mozhine

Date(s) de Prél: 20/07/2006    Récept Ech: 20/07/2006    Récept Doc: 20/07/2006

Date de mise en tube: 21/07/06-1    Date MT EPO: 21/07/06    Date MT HES: 21/07/06

Observation: Délai 48H    ERO/HES

Ecart: EA n°    Réclam: N°

N°	994178	994179	995474	Operateur
Sexe:	M	M	M	V20
Filtrat (F)				Operateur
volume	95	85	65	4
pH-bande	5	7	5	6
nd-refract	1,030	1,048	1,026	19
ES06-Im	x	x	x	
ES07-Eph	X	X	X	
ES02-bbs	X	X	X	
ES04-H	X	X	X	
TgE1g	0,1	1,0	0,9	
ES05-MS2	X	X	X	
ES06-cc	X	X	X	
ES03B-LOH	X	X	X	
ES08B-RS	X	X	X	
ES08-HES	X	X	X	
ES07-Epo	X	X	X	
ES09-ABO				

Resultat: SUITE DE LA PRELEVANCE...  
 9-8-06...  
 (cc) en gélule surcellulaire AFA.  
 Date: 27/7/06

A et B accouplés: le 27/07/06 par: V8

A et B détruits: par:

**CONCLUSIONS**

Essai	Echantillon	RESULTATS ANORMAUX ET RESERVES	Date et Visa
ES		Présence de pH d (+/-) Dépistage Conf	
ES		Présence de pH d (+/-) Dépistage Conf	
ES		Présence de à une concentration supérieure au / proche du seuil de (+/-) (%) pH d (+/-) Dépistage Conf	
ES		Présence de à une concentration supérieure au / proche du seuil de (+/-) (%) pH d (+/-) Dépistage Conf	
ES04 ES05	995495	NB les résultats de(s) l'essai(s) ES04 et ES05 ne sont pas totalement exploitables en raison d'une inhibition de la décoloration due à une interférence matricielle	17/16
ES04	995495	T/E cône supérieur au seuil de b. (1.03 / 30%) conc test cône et corrigé (4.5 mg/ml (11.25%)) conc epi cône et corrigé (3.9 mg/ml (9.75%)) pH 5.2 d 1.03 / 1.025 (A1.0007) Screening C6/S11 (Positif)	20/06 C6/S11 (Positif)

Si la place est insuffisante pour conclure, utiliser E-Fiche Labo-01 Bis en complément dans ce cas, indiquer le nombre de feuilles utilisées : 1

RESULTATS NORMAUX	Date et Visa	RESULTATS NORMAUX	Date et Visa
ES02, ES03 Recherche négative pour les essais ES02, ES04 et ES05	17/16 M	IMM JLT DANS LES NORMES POUR L'ESSAI ES04	20/06 M
Recherche négative pour les essais ES03 et ES03B (HA)	22/06 AL	EPO 3941781 indélébile ind. trachéale autres absence d'EPO immunitaire ES04	23/04/06 M
		HES Recherche d'HEA négative pour l'essai ES08B	17/16 M

dition du (des) rapport(s) d'analyse : Visa : *cl*  
 érifcation du(des) rapport(s) d'analyse par la LT et l'PAQ d Conv  
 d Spé Date et Visa AM 25/07/06  
 Cet enregistrement est à archiver au département Logistique Technique  
 USADA 0008

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-Fiche-labo-01BIS Version : A Date : 01/07/2004 1/1
FICHE COMPLEMENTAIRE POUR LA CONCLUSION DES RESULTATS ANALYTIQUES		

Numéro de la feuille: 1....

Numéro de Labo: 178/07....

Analyses concernées:

- analyses Conventionnelles Chimie GC     analyses Conventionnelles Chimie LC  
 analyses Conventionnelles Immunochimie  
 analyses Spécialisées Chimie GC:  HES  12C/13C  
 analyses Spécialisées Biologie: EPO  
 analyses Spécialisées Biologie (et Chimie): HBOCs

CONCLUSION: (à dater et signer par le Responsable technique):

995474 : l'analyse de l'échantillon par spectro de masse de rapport isotopique ( $\alpha 31$ ) indique une origine exogène de métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testo ou de l'un de ses précurseurs. L'origine exogène des métabolites de la testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3,93% et 6,14%, respectivement pour les métabolites androstérone et 5 $\alpha$  androstanediol. Seuil de positivité de l'ATA: appauvrissement isotopique > 3%. ( $\pm 0,8\%$  interne au laboratoire).

pH = 52    d = 1,025

le 25/07/06

*Beu...*



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : B Date : 22/08/2005 2/2
<b>TRACABILITE DES FLACONS A ET B</b>		

**Chaîne de possession des flacons B:**

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
28/07/2006 - 15h45	V08	CH.FR5 (-20°C)	Stockage

*Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.*

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B
		Version : B Date : 22/08/2005 1/2
<b>TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B</b>		

N° de Série : 178/07

Chaîne de possession des aliquotes A: Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
21/07/2006 09h30	Aliquote ES02/ES02C	45	Préparation	
21/07/2006 18h44	Aliquote ES02	24 / 18	Analyse GC/MS sur MSD15	24 : Préparation appareil 18 : Lecture
22/07/2006 03h02	Aliquote ES02C	24 / 17	Analyse GC/MS sur MSD12	24 : Préparation appareil 17 : Lecture
21/07/2006 10h15	Aliquote ES03	22	Préparation	
21/07/2006 17h08	Aliquote ES03	20	Analyse HPLC/MS sur LCMS4	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 09h30	Aliquote ES03B	19	Préparation	
21/07/2006 16h55	Aliquote ES03B	19 / 27	Analyse HPLC/MS/MS sur LCQ2	19 : Préparation appareil 27 : Lecture
21/07/2006 09h40	Aliquote ES04/ES05	35	Préparation	
21/07/2006 19h36	Aliquote ES04	37 / 18	Analyse GC/MS sur MSD18	37 : Préparation appareil 18 : Lecture
21/07/2006 20h01	Aliquote ES05	18	Analyse GC/MS/MS sur Polaris1	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h59	Aliquote ES06	41	Analyse Immuno	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h30	Aliquote ES08B	16	Analyse PS	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 13h50	Aliquote ES08	16	Préparation	
22/07/2006 14h26	Aliquote ES08	16	Analyse GC/MS sur MSD21	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 08h10	Aliquote ES07	44	Préparation	
23/07/2006 09h41	Aliquote ES07	44	Analyse EPO	

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : B Date : 22/08/2005 2/2
<b>TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B</b>		

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
22/07/2006 10h50	Aliquote EC24D	18	Préparation	Confirmation GC/MS T/E
22/07/2006 18h02	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé
22/07/2006 18h33	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote non hydrolysé
22/07/2006 11h20	Aliquote EC31	49	Préparation	Confirmation IRMS
23/07/2006 11h33	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h42	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 13H47	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 14H33	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Dilution et 2 <sup>ème</sup> analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h24	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 13h56	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h25	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h00	Aliquote EC24D	28	Préparation	2eme Confirmation T/E
24/07/2006 13h28	Aliquote EC24D	28	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

**Chaîne de possession des aliquotes B:**

Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

*Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.*

**PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB**

**Période : Semaine du 17 au 21 juillet 2006**

RECEPTION	ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)			SECRETARIAT	
47 (B. Tertine) 	11 (S. Rousseau) 	V13 (J. Azzopardi) <i>Absent</i>	V8 (E. Neveu) 	33 (C. Loubet) 	32 (K. De Min) 
Chargé d'accueil	V20 (F. Inacio) 	V21 (W. Rahali) 	V22 (J. Alexia) /	Secrétaires techniques	

*Techniciens de la logistique technique et vacataires TDF*

CONTROLE CHIMIE GC		CONTROLE CHIMIE LC	
16 (T. Rousseau) 	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube	22 (D. Redon) 	Préparation ES03 (CD) Mise en tube
45 (F. Zavadski) 	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	19 (M. Garcia) 	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube
35 (E. Després) <i>E.D.</i>	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	20 (A. Barlagne) 	Maintenance LC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés Remplacements éventuels
24 (J. Chauveau) 	Maintenance GC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés	19 (M. Garcia) 	Maintenance LC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés
37 (C. Galatola) 	Maintenance GC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés	31 (N. Laudet) 	Confirmation LC/MS <sup>n</sup> Remplacements éventuels
28 (M. Cariou) 	Confirmation GC/MS <sup>n</sup>	Développement et remplacements éventuels	
23 (R. Barlagne) 	Confirmation GC/MS <sup>n</sup>	27 (A. Lahaussais) 	V20 (F. Inacio) 
17 (L. Déterpigny) 	Confirmation GC/MS <sup>n</sup>	V19 (S. Pipard) 	V21 (W. Rahali) 
		30 (G. Bondu) 	

CONTROLE IRMS					
26 (C. Frelat) 	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongongu) 	Confirmation IRMS Développement	V2 (A. Batisse) <i>Absente</i>	Confirmation IRMS Développement En formation

*Chimistes*

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études*

Période : Semaine du 17 au 21 juillet 2006

CONTROLE IMMUNO, HBOCs, TS		CONTROLE EPO	
41 (I. Roulland) <i>IR</i>	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube	44 (L. Martin) <i>[Signature]</i>	Contrôle EPO Développement EPO
15 (A. Gaillard) <i>[Signature]</i>	Contrôle Transfusion	42 (J.-A. Martin) <i>[Signature]</i>	Contrôle EPO Développement EPO

*Biologistes*

VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance)				
GC/MS*	LC/MS*		IRMS	IMMUNO
18 (E. Cerpolini) <i>[Signature]</i>	14 (I. Bailloux) <i>[Signature]</i>	27 (A. Lahaussais) <i>A. Lahaussais</i>	49 (C. Mongongu) <i>[Signature]</i>	13 (N. Crépin) <i>[Signature]</i>

*Responsables de secteurs*

APPROBATION DES RESULTATS		
GC/MS* et LC/MS*	IRMS	IMMUNO et EPO
09 (Dr. N. Méchin) <i>[Signature]</i>	10 (Dr. C. Buisson) <i>[Signature]</i> CB	08 (Dr. F. Lasne) <i>[Signature]</i>

*Chefs de département, responsables techniques*

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE	PRESENTATION DES RESULTATS
04 (Dr. A. Molina) <i>[Signature]</i> <i>Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons</i> <i>Responsable Assurance qualité</i>	05 (Dr. S. Ferary) <i>Absente.</i> <i>Chargé d'étude,</i> <i>Responsable de la documentation</i>

APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE				
01 (Pr. J. de Ceunynck) <i>[Signature]</i> <i>Directeur du laboratoire</i>	09 (Dr. N. Méchin) <i>[Signature]</i>		08 (Dr. F. Lasne) <i>[Signature]</i>	05 (Dr. S. Ferary) <i>Absente</i> <i>Chargé d'étude,</i> <i>Responsable de la doc.</i>

**Remarques :**  
 N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats, ...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence, ...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S, ...).

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études*

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005	1/2
<b>PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB</b>			

**Période : Samedi 22 juillet 2006**

<b>RECEPTION</b>	<b>ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)</b>			<b>SECRETARIAT</b>
				33 (C Loubet)
Chargé d'accueil	V20 (F. Inacio)	V21 (W. Rahali)	V22 (J. Alexia)	Secrétaires techniques

*Techniciens de la logistique technique et vacataires TDF*

CONTROLE CHIMIE GC		CONTROLE CHIMIE LC		
16 (T. Rousseau)	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube	19 (M. Garcia)	Préparation ES03 (CD) Mise en tube	
45 (F. Zawodski)	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	19 (M. Garcia)	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube	
16 (T. Rousseau)	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	20 (A. Barlagne)	Maintenance LC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés	
17 (L. Déterpigny)	Maintenance GC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés	27 (A. Lahaussais)	Maintenance LC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés	
37 (C. Galatola)	Maintenance GC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés	27 (A. Lahaussais)	Confirmation LC/MS <sup>n</sup>	
18 (E. Cerpolini)	Confirmation GC/MS <sup>n</sup>			
Développement et remplacements éventuels				
		30 (G. Bondu)	14 (I. Bailloux)	
<b>CONTROLE IRMS</b>				
26 (C. Frelat)	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongon)	Confirmation IRMS Développement	Confirmation IRMS Développement En formation

*Chimistes*

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005	2/2
<b>PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB</b>			

Période : Samedi 22 juillet 2006

CONTROLE IMMUNO, HBOC <sub>2</sub> , TS				CONTROLE EPO	
15 (A. Gaillard)	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOC <sub>2</sub> Mise en tube	13 (N. Crépin)	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOC <sub>2</sub>		Contrôle EPO Développement EPO
15 (A. Gaillard)	Contrôle Transfusion			42 (J.-A. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO

*Biologistes*

VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance)				
GC/MS <sup>a</sup>		LC/MS <sup>a</sup>	IRMS	IMMUNO
18 (E. Cerpolini)		27 (A. Lahaussois)	49 (G. Mongonou)	13 (N. Crépin)

*Responsables de secteurs*

APPROBATION DES RESULTATS		
GC/MS <sup>a</sup> et LC/MS <sup>a</sup>	IRMS	IMMUNO et EPO

*Chefs de département, responsables techniques*

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE	PRESENTATION DES RESULTATS
19 (A. Laurent)	

*Resp. de la logistique technique  
et de la gestion des échantillons  
Responsable Assurance qualité*

*Suppléantes pour la vérification des rapports  
d'analyse*

*Chargé d'étude,  
Responsable de la documentation*

APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE			
01 (Pr. de Ceaux)			

*Directeur du laboratoire*

*Chefs de département, responsables techniques*

*Chargé d'étude,  
Responsable de la doc.*

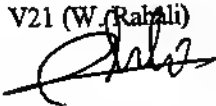
**Remarques :**

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence, ...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S, ...).

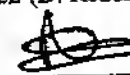
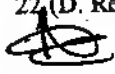
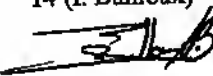
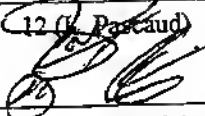
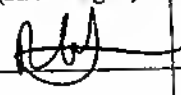
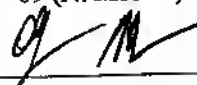

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études*

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005
1/2		
<b>PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB</b>		

**Période : Dimanche 23 juillet 2006**

<b>RECEPTION</b>	<b>ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)</b>	<b>SECRETARIAT</b>
		33 (C Loubet)
<i>Chargé d'accueil</i>	V20 (F. Inacio)    V21 (W. Rahali)    V22 (J. Alexia) 	Secrétaires techniques

*Techniciens de la logistique technique et vacataires TDF*

CONTROLE CHIMIE GC		CONTROLE CHIMIE LC	
28 (M. Cariou) <i>M. Cariou</i>	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube	22 (D. Redon) 	Préparation ES03 (CD) Mise en tube
35 (E. Després) <i>E.D.</i>	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	22 (D. Redon) 	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube
35 (E. Després) <i>E.D.</i>	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	14 (I. Bailloux) 	Maintenance LC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés
12 (N. Pascaud) 	Maintenance GC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés	23 (R. Barlagne) 	Confirmation LC/MS <sup>n</sup>
09 (N. Méchin) 	Maintenance GC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés		
28 (M. Cariou) <i>M. Cariou</i>	Confirmation GC/MS <sup>n</sup>		
Développement et remplacements éventuels			
<b>CONTROLE IRMS</b>			
	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongon)  <i>Chimistes</i>	Confirmation IRMS Développement En formation

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études*



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005	2/2
<b>PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB</b>			

**Période : Dimanche 23 juillet 2006**

CONTROLE IMMUNO, HBOCs, TS			CONTROLE EPO	
41 (I. Roulland) <i>IR</i>	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube		44 (L. Martin) <i>LD</i>	Contrôle EPO Développement EPO
41 (I. Roulland) <i>IR</i>	Contrôle Transfusion			Contrôle EPO Développement EPO

*Biologistes*

VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance)			
GC/MS <sup>a</sup>	LC/MS <sup>a</sup>	IRMS	IMMUNO
	14 (I. Bailloux) <i>I. Bailloux</i>	49 (C. Monnerot) <i>C. Monnerot</i>	

*Responsables de secteurs*

APPROBATION DES RESULTATS		
GC/MS <sup>a</sup> et LC/MS <sup>a</sup>	IRMS	IMMUNO et EPO
09 (Dr. N. Méchin) <i>Dr. N. Méchin</i>		08 (Dr. F. Lasne)

*Chefs de département, responsables techniques*

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE		PRESENTATION DES RESULTATS
	09 (Dr. N. Méchin)	
<i>Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Responsable Assurance qualité</i>	<i>Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse</i>	<i>Chargé d'étude, Responsable de la documentation</i>

APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE				
01 (P. J. de Ceaurio) <i>P. J. de Ceaurio</i>				
<i>Directeur du laboratoire</i>	<i>Chefs de département, responsables techniques</i>			<i>Chargé d'étude, Responsable de la doc.</i>

**Remarques :**

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études*

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005	1/2
PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB			

Période : Semaine du 24 au 28 juillet 2006

RECEPTION	ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)			SECRETARIAT	
47 (B. Terrine) <i>Absente</i>	11 (S. Rousseau) <i>[Signature]</i>	V13 (J. Azzopardi) <i>Absent</i>	V8 (F. Neveu) <i>[Signature]</i>	33 (C. Loubet) <i>[Signature]</i>	32 (K. De Min) <i>[Signature]</i>

*Techniciens de la logistique technique et vocataires TDF*

CONTROLE CHIMIE GC		CONTROLE CHIMIE LC			
16 (T. Rousseau) <i>[Signature]</i>	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube	19 (M. Garcia) <i>[Signature]</i>	Préparation ES03 (CD) Mise en tube		
37 (C. Galatola) <i>[Signature]</i>	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	22 (D. Redon) <i>[Signature]</i>	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube		
35 (E. Després) <i>E.D.</i>	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	31 (N. Laudet) <i>[Signature]</i>	Maintenance LC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés		
24 (J. Chauveau) <i>[Signature]</i>	Maintenance GC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés	22 (D. Redon) <i>[Signature]</i>	Maintenance LC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés		
45 (F. Zavodski) <i>[Signature]</i>	Maintenance GC/MS <sup>n</sup> Lecture des tracés	20 (A. Barlagne) <i>[Signature]</i>	Confirmation LC/MS <sup>n</sup>		
28 (M. Cariou) <i>[Signature]</i>	Confirmation GC/MS <sup>n</sup>	27 (A. Lahaussais) <i>[Signature]</i>	Confirmation LC/MS <sup>n</sup>		
23 (R. Barlagne) <i>[Signature]</i>	Confirmation GC/MS <sup>n</sup>	Développement et remplacements éventuels			
17 (L. Déterpigny) <i>[Signature]</i>	Confirmation GC/MS <sup>n</sup>	27 (A. Lahaussais) <i>[Signature]</i>	V20 (F. Inacio) <i>[Signature]</i>	V21 (W. Rahali) <i>[Signature]</i>	
		V19 (S. Ripard) <i>[Signature]</i>	30 (G. Bondu) <i>[Signature]</i>		
<b>CONTROLE IRMS</b>					
26 (C. Frelat) <i>[Signature]</i>	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongongu) <i>[Signature]</i>	Confirmation IRMS Développement	V2 (A. Batisse) <i>[Signature]</i>	Confirmation IRMS Développement En formation

*Chimistes*

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005	2/2
<b>PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB</b>			

**Période : Semaine du 24 au 28 juillet 2006**

CONTROLE IMMUNO, HBOCs, TS		CONTROLE EPO	
41 (I. Roulland) <i>IR</i>	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube	44 (L. Martin) <i>L.M.</i>	Contrôle EPO Développement EPO
15 (A. Gaillard) <i>Gaillard</i>	Contrôle Transfusion	42 (J.-A. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO

*Biologistes*

VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance)					
GC/MS*		LC/MS*		IRMS	IMMUNO
18 (E. Cerpolini) <i>E. Cerpolini</i>	12 (L. Pascard) <i>L. Pascard</i>	14 (I. Bailloux) <i>I. Bailloux</i>	27 (A. Lahaussais) <i>A. Lahaussais</i>	49 (C. Mongon) <i>C. Mongon</i>	13 (N. Crépin) <i>N. Crépin</i>

*Responsables de secteurs*

APPROBATION DES RESULTATS		
GC/MS* et LC/MS*	IRMS	IMMUNO et EPO
09 (Dr. N. Méchin) <i>N. Méchin</i>	10 (Dr. C. Buisson) <i>C. Buisson</i>	08 (Dr. F. Lasne)

*Chefs de département, responsables techniques*

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE			PRESENTATION DES RESULTATS
04 (Dr. A. Moine) <i>A. Moine</i>	09 (A. Laurent) <i>A. Laurent</i>	09 (Dr. N. Méchin) <i>N. Méchin</i>	05 (Dr. S. Ferary) <i>Absente</i>
<i>Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Responsable Assurance qualité</i>	<i>Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse</i>		<i>Chargé d'étude, Responsable de la documentation</i>

APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE				
01 (Dr. J. de Ceaurain) <i>J. de Ceaurain</i>	09 (Dr. N. Méchin) <i>N. Méchin</i>		08 (Dr. F. Lasne)	05 (Dr. S. Ferary) <i>Absente</i>
<i>Directeur du laboratoire</i>	<i>Chefs de département, responsables techniques</i>			<i>Chargé d'étude, Responsable de la doc.</i>

**Remarques :**

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats, ...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence, ...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S, ...).

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études*

2006  
17207

Discipline / Sport

Lieu / Lieu de Ville

Notificati on de citati on et accusati on / Notification - testing

Vous êtes convoqué(e) à un contrôle antidopage. You are hereby summoned



No. de l'acte / Act number

Résultat du contrôle / Result of control

Échantillons / Samples  
A and B

Quantité d'urine / Blood sample  
amount of urine / blood

BUR995474

Quantité d'urine insuffisante / Insufficient urine sample



Signature du médecin / Signature of Doctor

Comme / As

USADA 0021

**FICHE DESTINÉE AU LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPA**

Joindre obligatoirement les PV et cette fiche avec les prélèvements biologiques !

2006  
17E07

**Identification du médecin ayant effectué les prélèvements :**

Nom/Prénom (en lettres majuscules) : BORDABERRY Gérard

Adresse : 4 Av. Vliam  
64500 St Jean de Luz Téléphone : 05 53 51 16 00

**Identification des contrôles :**  En compétition  Hors Compétition




Le contrôle a-t-il été diligenté par une D.R.J.S. : oui  non  si oui laquelle : .....

Fédération : FFC VCI Cyclisme

Nom de l'épreuve : Tour de France 17<sup>e</sup> étape

Lieu : MORZINE Date : 20/07/06

**N° prélèvements :**

M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/> BUR994179 	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/> BUR995474 	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/> BUR994178 	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum
M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum
M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum

**Commentaires :**

**Tracabilité de la chaîne du froid :**

Trajet : Lieu de prélèvement/domicile (ou cabinet) : Ambiant  +4°C  -20°C   
 Stockage sur le lieu de collecte : Ambiant  +4°C  -20°C

**Lieu de collecte (adresse où s'est effectué l'enlèvement des échantillons) :**

Dénomination (Domicile/cabinet/laboratoire...) : Unité Stob ASO

Adresse : Tour de France

Enlèvement effectué le : 20/07/06

Reçu au LNDD le : 20 JUL. 2006

**ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS**  
**(Echantillons et Documents)**

Du Docteur : BORDABERRY, Gérard

du 20/07/2006

Transporteur :

DYNAPOST

N° du Bordereau d'expédition :

Date Réception des prélèvements : 20/07/2006

Des Documents : 20/07/2006

Organisme :

Cyclisme (UCI)

Epreuve et Lieu :

TDF 2006 étape n°17 à Morzine

Nombre total d'échantillons reçus :

3

A

+

3

B

Numéro(s) des échantillon(s) :

994178 994179 995474

Numéro(s) Laboratoire attribué(s) : 178/07

Commentaires :

Adeline MOLINA-PAUL  
Responsable Logistique

DRJS :



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-AR-02 Version : C Date : 28/06/2005 1/1
ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS sans document de livraison		

Cas d'un TRANSPORT AU LABORATOIRE par chauffeur sans document de livraison

Organisme :	UCT
Epreuve et lieu :	17 <sup>e</sup> Etape
Date du contrôle :	20/07/06



Nombre total d'échantillons reçus : .....9.....

Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon
994 269			
994 180			
270 165			
994 178			
995 476			
270 141			
994 179			
			149986
			149996

Commentaires : P-99427

Urine

Sang a' ti'c

RECEPTION AU LABORATOIRE	TRANSPORTEUR
Date et heure: 20-07-06 9h35	Nom : SIMONET
Nom : RAHALLI	Signature :
Signature : 	
Cachet : <b>LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE</b> 143. av. Roger Salengro 92290 CHATENAY-MALABRY Tél. : 01 46 60 28 69 - Fax : 01 46 60 30 17 SIRET 100 24 19 88 00 19	

SIRET 100 24 19 88 00 19 est à archiver avec les documents de la série dans la salle de réception

USADA 0024

21

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-EA-01 Version : D Date : 29/01/2006 1/1
ECART ANALYTIQUE N°...96...		

CONSTATE par: Nom de l'Opérateur: GALATOLA Le: 21/7/06 Signature: galatola

NOM de l'appareil: MD 18, 19, 21, 23 NUMERO de séquence:

Screening  ou Confirmation  TYPE de famille: Anabo H

SERIE ET NUMERO(S) d'échantillon(s):

DESCRIPTION DE L'ECART: 3'OH stano gold faible dans tous les recal 028  
alors que les autres produits sont ok et répondent comme  
dans un nouveau recal c'est à dire 2 fois moins fort  
qu'on que les derniers points du recal 026

PARTIE A REMPLIR AVEC LE RESPONSABLE

TRANSMISE AU RESPONSABLE: Nom: DECHIN Le: 21/7/06

MESURE IMMEDIATE PRISE: Acceptation car ça ok et produit  
servent à tester l'appareil mais ne servent pas à calibrer

DECISION SUR L'ACCEPTABILITE DE L'ECART: (le N° de tout écart doit être reporté sur la fiche labo)

- Est-ce une déviation par rapport :
  - à l'Essai accrédité, si oui lequel :
  - à l'Essai validé mais non accrédité, si oui lequel :
  - à un document qualité de prescription, si oui lequel : I.V. 10A

- Pondération de la déviation :
  - très mineure (elle ne compromet pas le résultat et conduit à un résultat qui reste couvert par la portée d'accréditation)
  - mineure (elle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la portée d'accréditation, HP à écrire sur la fiche labo)
  - majeure (elle peut influencer sur le résultat), en quoi:

- En cas de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse:
  - par un Nota Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche labo)
  - par un résultat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo)

CAUSE(S) PROBABLE(S): Erreur de concentration de la solution msc de 3'OH stano gold

ACTION(S) CORRECTIVE(S) (action visant à éliminer les causes de l'écart): N° 9  
réunion de tous les aliquots de recal 028, ajout de 1,6 ml de sol de 3'OH stano à  
C = 0,1 mg/ml. Réaliquotage de la solution obtenue (413.014)

Mesure(s) Préventive(s) (action visant à réduire la probabilité d'apparition d'un tel écart): N°

Date et Signature de l'Opérateur si AC et/ou AP décidée(s) Cgalatola 21/7/06	Date et Signature du Responsable 21/7/06 M	Date et Signature du RAO 21/07/06 P/O [Signature]
---	--	--

Cet enregistrement est à transmettre à l'Assurance Qualité



USADA 0026

**SECTION 2**  
**TECHNICAL PART**

2.1 Immunological screening

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATEUR</b>	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 1 / 5
<b>ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM</b>		

## Objet

Description du mode opératoire pour la recherche par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et  $\beta$ -hCG.

Il concerne toute personne impliquée dans les analyses de dépistage rapide et de vérification.

**CONFIDENTIEL**

**SPECIMEN**

## Documents cités

M-E-04 ; M-V-13 ; M-TE-05 ; I-TE-03 ; I-CONF-06 ; I-LEC-06 ; I-LEC-06B ; E-Remis-06 ; E-Remisconf-01 ; I-M-11

Au cours de l'analyse, renseigner l'enregistrement de suivi des aliquotes : **E-TE-02C** pour une analyse de screening, **E-TE-03G** pour une analyse de vérification.

**APPLICABLE le**

**02 MARS 2006**

## Contenu du mode opératoire

Toute personne utilisant l'AXSYM doit faire figurer à l'écran son code opérateur :

- Sélectionner "F6 Niveau d'accès"
- Saisir son code opérateur.
- Sélectionner "Accepter"

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

*Les dosages immunologiques de dépistage rapide sont effectués sur les aliquotes échantillons issus de la mise en tube I-TE-03.*

*Les dosages immunologiques de vérification sont effectués sur les aliquotes mis en tube selon I-CONF-06.*

Préalablement à toute analyse, s'assurer que la calibration et le contrôle journaliers de l'appareil ont été effectués et validés selon les modes opératoires **M-E-04** et **M-V-13**.

Les aliquotes du dépistage rapide ne sont sortis de la chambre froide à 4°C que lorsque l'automate est prêt. Si l'analyse ne peut être effectuée dans un délai de 5 jours suivant la mise en tube, les aliquotes sont bouchés et placés à -20°C ; il seront décongelés selon le mode opératoire **M-TE-05**. Ces étapes de congélation / décongélation sont consignées dans l'enregistrement de suivi des aliquotes **E-TE-02C**.

La vérification n'est commencée que lorsque l'automate est prêt.

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 2 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Lancement des dosages

Les échantillons à analyser ont été préalablement homogénéisés au vortex, et sont centrifugés 10 minutes à 1370 g (température ambiante) avant de procéder à l'analyse.

Dosages à effectuer

Pour le blanc urinaire et les prélèvements issus de sujets de sexe masculin ou dont on ignore le sexe, les dosages à effectuer sont LH et  $\beta$  hCG ; ces analyses sont sélectionnées par le panel M-An08.

Séquence à respecter (dépistage rapide)

- Blanc urinaire
- Echantillons
- Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil
- Contrôle  $\beta$  hCG de fin de séquence de l'appareil

SPECIMEN  
CONFIDENTIEL

- 1 Sélectionner "Liste des demandes"
- 2 Sélectionner "F6 Patient"
- 3 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le blanc urinaire, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = BIU

"Commentaire" = jjmm-n-BIU-j'j'm'm'-n'

avec : jjmm = date d'analyse  
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée  
j'j'm'm' = date de mise en tube  
n' = numéro de mise en tube de la journée considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-BIU-0503-2

Blanc urinaire aliquoté lors de la deuxième mise en tube du 5 mars et analysé lors de la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 4 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 5 Saisir l'identité "IDE" de l'échantillon, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = Numéro de laboratoire + Numéro de l'échantillon

(Ex : 123/12 123456)

Notes

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 3 / 5
<b>ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM</b>		

S'il s'agit d'un échantillon "Remis", l'indiquer par "R" devant le numéro échantillon (Ex : R 123/12 123456)  
 S'il s'agit d'une vérification, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + vérif  
 + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)  
 De même s'il s'agit d'une contre-expertise, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro  
 échantillon + CE + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

- 6 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 7 Répéter les étapes 5 et 6 pour chaque échantillon.
- 8 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle LH de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-LH.

"IDE" = CQ LH

"Commentaire" = jjmm-n-CQ LH

avec :           jjmm = date d'analyse  
                   n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ LH  
 Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

**SPECIMEN**

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.  
 De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

**CONFIDENTIEL**

- 9 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 10 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle  $\beta$  hCG de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-HCG.

"IDE" = CQ HCG

"Commentaire" = jjmm-n-CQ hCG

avec :           jjmm = date d'analyse  
                   n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ hCG  
 Contrôle  $\beta$  hCG de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.  
 De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 11 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 12 Sélectionner "F1 Sortir" pour revenir à l'écran "liste des demandes"
- 13 Imprimer la liste des demandes et l'archiver à la date du jour dans le classeur **C-MA-Axsym**  
**Echantillons.**

- Sortir les portoirs désignés par l'appareil du carrousel échantillons. Distribuer dans les cuves échantillons,  
 placées sur les portoirs selon la liste des demandes :

26

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : <b>M-AN-08</b> Version : <b>J</b> Date : <b>27/02/2006</b> 4 / 5
<b>ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM</b>		

- Pour le blanc urinaire et les échantillons : 300 µL minimum de chaque urine, à la micro-pipette ou avec les liquipettes, en évitant de remettre en suspension le culot de centrifugation.
- Pour les contrôles de fin de séquence de l'appareil : après homogénéisation et élimination de la première goutte, 6 gouttes du niveau "moyen" du contrôle LH (réf interne : AXR05-AB) et 6 gouttes du niveau "bas" du contrôle β hCG (réf interne : AXR06-AB).

Ex : « B04 : 123/12 123456 » = Cuve échantillon n°4 ; portoir B, échantillon 123456 de numéro de laboratoire 123/12

Replacer le portoir sur son carrousel.

- S'assurer que l'appareil dispose de suffisamment de cartouches de réaction pour effectuer les analyses demandées. Sinon, en ajouter.

- Lancer l'analyse au moyen de la touche verte "Lancer"

- Placer les tubes contenant le reste d'urine et les contrôles à +4°C.

## SPECIMEN

Lorsque les analyses demandées sont terminées, l'AXSYM imprime automatiquement un rapport de résultats pour chaque échantillon ; ceux-ci sont dépouillés selon les instructions de lecture I-LEC-06 (dépistage rapide) ou I-LEC-06B (vérification).

Lorsque l'automate refuse de rendre un résultat :

- Imprimer l'exception, puis l'effacer de façon à ce que le résultat de l'autre dosage soit imprimé.
- "Remettre" l'échantillon concerné : renseigner l'enregistrement "E-Remis-06" ou "E-Remisconf-01"
- Lors de la nouvelle analyse de cet échantillon, celui-ci est dilué 2 fois :
  - Analyse LH : dilution avec le calibrateur A (0 U/L) AXR11-AB.
  - Analyse β hCG : dilution avec le Specimen Diluent Dil-AB.

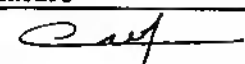
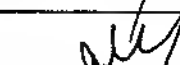
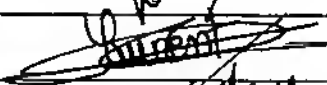
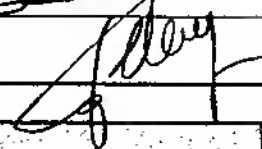
Si un résultat est obtenu, ne pas oublier de le multiplier par 2.  
Si l'analyse est de nouveau impossible, imprimer l'exception.

A l'issue des analyses :

- Jeter les godets échantillons dans un container jaune.
- Effectuer les maintenances nécessaires selon l'instruction I-M-11.

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 5 / 5
<b>ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Nathalie CREPIN	15/02/2006	
vérifié par	Francoise LASNE	17/02/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	27/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	27/02/2006	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
H	- Modification du paragraphe concernant les analyses non rendues par l'automate.	07/01/2005
I	- Préciser que le lancement de l'analyse se fait dans la foulée de la centri. - Lors d'une vérif, préciser "verif" devant le numéro d'échantillon	03/02/2006
J	Il existe un mode op de décongélation des aliquos, mais il n'étati écrit nulle part à quel moment il était nécessaire de les congeler.	27/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification : E-TE-02C

Version : H

Date : 10/12/2004

1/1

## DEPISTAGE RAPIDE IMMUNOLOGIE : FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

Modèle opératoire

M-An-08

Version

J

Lot calibrateurs LH

36 613 Q100

Lot calibrateurs  $\beta$ -hCG

36 467 Q100

Lot contrôles LH

36 612 Q100

Lot contrôles  $\beta$ -hCG

35 320 Q100

Lot réactifs LH

40 622 Q100

Lot réactifs  $\beta$ -hCG

39 526 Q100

Séries

177/07 178/07

Remis

Mise en tube : date et n°

21.07.06. ①

Code blanc urinaire

2107 - 1 - Blu - 2107 - 1

Opération	Date	Heure	Identification du matériel utilisé	Signature
Congélation éventuelle		h	Congel. ou CH-FR.	
Décongélation		h		
Prise en charge de la mise en tube	21/07/06	10 <sup>h</sup> 10	Sans objet	IR
Vortex et centrifugation	21/07/06	10 <sup>h</sup> 10	Centri. 8	IR
Lancement de l'analyse, stockage des tubes à 4°C	21/07/06	10 <sup>h</sup> 20	Refrig. (3) ou CH-FR.	IR
Destruction des tubes	21/07/06	12 <sup>h</sup> 00	Sans objet	IR

Remarques

L'original de cet enregistrement est à conserver dans le classeur C-Fiches suivi-Imm, une copie est fournie avec le dossier de la série.

USADA 0033

29



LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE  
 143 avenue ROGER SALENGRO  
 92290 CHATENAY MALABRY  
 IDENTIFICATION APPAREIL: AXSYM

RAPPORT ECHANTILLON

IDE: 178/07 995474  
 IDP:  
 Nom:

Date: 21/07/06

DOSAGE	RÉSULTATS UNITES	INTERPRETATION	DILUTION	LIMITES
BhCG 21/07/06 10:59	1.45 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 12.00
LH 21/07/06 11:09	1.09 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 40.00

Date: 21/07/06  
 Opérateur: Al  
 Résultats:  Dans les normes  
 A vérifier  
 Remarques: .....

NR

**SECTION 2**  
**TECHNICAL PART**

2.2 Natural hormone screening

<b>LNDD</b>	<b>ENREGISTREMENT (LISTE)</b>	Codification : L-SCREENING Date : 31/03/2006 1/1
<b>SPECIMEN</b>	<b>LISTE DES ESSAIS DE DEPISTAGE RAPIDE</b>	<b>ASSURANCE QUALITÉ LNDD</b>

CODE de l'Essai	MATRICE analysée	ABREGE de la famille recherchée	INTITULE de l'Essai	MODE OPERATOIRE DE PREPARATION	MODE OPERATOIRE D'ANALYSE
ES02	Urine	BBS	Recherche par CG/SM de molécules basiques extractibles par SPE échangeuse de cations- Méthode de semi-quantification de la Morphine	M-EX-02	M-AN-04
ES02C	Urine	EPH	Recherche et semi-quantification des éphédrines	M-EX-02	M-AN-02C
ES03	Urine	CD	Recherche par CLHP/UV/SM de diurétiques et corticostéroïdes	M-EX-03G	M-AN-32
ES03B	Urine	LCH	Recherche par CLHP/SM multiétage d'anabolisants	M-EX-03D	M-AN-31
ES03C	Urine	LCHQ	Recherche par CLHP/SM d'anabolisants	M-EX-03D	M-AN-31B
ES04	Urine	ANABO (ou H)	Recherche CG/SM de molécules à effet anabolisant et autres molécules extractibles par SPE apolaire avec semi-quantification des stéroïdes endogènes et des molécules à seuil de positivité	M-EX-04	M-AN-06B
ES05	Urine	ANABO (ou MS2)	Recherche CG/SM/SM de molécules à effet anabolisant	M-EX-04	M-AN-07B
ES06	Urine	IMM (ou Immunologie)	Dosage par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et $\beta$ -hCG	M-AN-08	M-AN-08
ES07	Urine	EPO	Analyse par focalisation et double immunohlotting d' isoformes des erythropoïétines	M-EX-25	M-AN-43
ES08	Urine	HES ou HEA	Recherche de l'hydroxyéthylamidon par CG/SM	M-EX-22	MAN35Sc
ES08B	Urine	PS	Recherche de polysaccharides par colorimétrie	M-EX-50	M-AN-55

ESS01	Sang	HBOCs	Recherche d' Hemoglobin-Based Oxygen Carriers par électrophorèse	<b>CONFIDENTIEL</b>
ESS02	Sang	Transfusion sanguine (TS)	Recherche des transfusions sanguines homologues par cytométrie en flux	

N.B: Les codes des essais sont inscrits en gras lorsqu'ils sont dans la portée d'accréditation valide

### EVOLUTIONS

Date de création	Motif	Date diffusion
02/2006	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Le mode opératoire de préparation dans l'ES03 a changé ce n'est plus le M-EX-03B mais le M-EX-03G Cf. E-INFO n°56.</li> <li>- Dans l'ESS01 le mode opératoire d'analyse n'est plus le M-AN-53.</li> <li>- Ajout de l'ES08B.</li> <li>- Ajout de l'ES02B.</li> <li>- Suppression de l'essai ES10 (Mésocarb par GC/MS)</li> </ul>	16/03/2006
03/2006	Modification de l'ES02B en ES02C	17/03/2006
J	Modification du Mode Opérateur d'analyse de l'ES04 (M-AN-06B au lieu de M-AN-06).	31/03/2006

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX-04 Version : D Date : 03/11/2005 1 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO</b>		

Documents utilisés: M-P-03B, I-N-25, I-M-01, I-TRAC-01.

Remplir l'enregistrement E-TE-02J

**SPECIMEN**

OPÉRATIONS	MATÉRIEL	RÉACTIFS ET PRODUITS
Prise d'essai = 2 mL	Tubes 16x100 Pipette 1-5 mL, cônes de 5 mL	
Ajouter 100 µL de SIm02	Pipette Eppendorf à déplacement positif Combitips	Solution de 17αmethyltestostérone + Androstérone D4-glucuronide + salbu D3 (CH-FR.1)
Agiter au vortex	Vortex	
Ajuster à pH = 7 en agitant au vortex	Papier pH 0-14 Vortex	Flacons compte gouttes K2CO3, CH3COOH
Ajouter 1mL de tampon pH=6.5	Dispensette	Solution tampon pH 6.5 (CH-FR.1)
Agiter au vortex	Vortex	
Ajouter une goutte de β-glu	Flacon compte goutte	β-glu: β-glucuronidase (CH-FR.1)
Agiter au vortex Boucher les tubes	Vortex Bouchons	
Hydrolyser 1h à 55°C	Etuve	
Laisser refroidir à température ambiante		
Ajouter 100 µL de tampon pH=11	Pipette Eppendorf à déplacement positif Combitips	Solution tampon pH 11
Agiter au vortex	Vortex	
Ajuster à pH = 9 en agitant au vortex	Papier pH 7-14 Vortex	Flacons compte gouttes K2CO3, CH3COOH
Centrifuger 5 min	Centrifugeuse à 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant	Tubes à hémolyse 12,5x100	
Extraire par SPE selon la méthode ANABO Cf I-N-25 et I-M-01	Gilson ASPEC XLA Cartouches Bond Elut C18, 200mg/3mL Bouchons d'étanchéité Tubes à hémolyse 12,5x75	

**CONFIDENTIEL**

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

APPLICABLE le

**03 NOV. 2005**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX-04 Version : D Date :03/11/2005 2 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO</b>		

**SI L'APPAREIL N'EST PAS PRET:  
BOUCHER ET STOCKER LES TUBES  
A +4°C  
(temps de conservation max : 3 jours)**

Bouchons pour tubes à hémolyse 12,5x75  
CH-FR-1

Evaporer jusqu'à séchage complet  
(de 20 à 30 min)

Bain à sec à 60 °C + Soufflettes Azote

Sous la hotte et à température ambiante  
Ajouter 50 µL de réactif H  
et boucher les tubes

Seringue Solution de réactif H (CH-FR.1)  
Bouchons pour tubes à hémolyse 12,5x75 Cf M-P-03B

Agiter au vortex

Vortex

Dérivier 20 min à 60°C

Bain à sec  
Tubes fermés

Conditionner en vials préalablement  
identifiés selon I-TRAC-01  
En prélevant d'abord ~ 21 µL pour la MS2  
puis ~ 20 µL pour les H

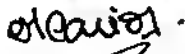

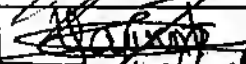

Vial polypropylène à insert 200 µL  
Capsule à sertir

**SI L'APPAREIL N'EST PAS PRET:  
CONSERVER LES VIALS A  
TEMPERATURE AMBIANTE  
(temps de conservation max: 24 h)**

**SPECIMEN**

**CONFIDENTIEL**

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04 Version : D Date : 03/11/2005 3 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO</b>		

Rédigé par	Date	Signature
Marjorie CARIOU	02/11/2005	
Nathalie MECHIN	02/11/2005	
Aurélie LAURENT	03/11/2005	
Jacques DE CEARRIZ	03/11/2005	

**ÉVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
B	rassemblement de M-EX-04, M-EX-04F, G et H, ne plus mettre dans le titre le critère "hydrolyse" .Ajouter ce critère ainsi que celui du réactif utilisé dans le contenu du doc.	17/03/2003
C	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Ajout d'une étape pour la préparation des échantillons lorsqu'ils doivent être re préparés pour Salbutamol &gt; 500ng/ml</li> <li>- Précision sur l'homogénéisation de l'échantillon (vortex) (E-INFO du 17/03/04)</li> <li>- Ajout de l'étape de remplissage de la fiche de préparation E-TE-02J (action 7, audit 26)</li> <li>- L'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)</li> <li>- Mode opératoire concernant uniquement les échantillons et non plus le recal et mix (création de M-EXMIX-04).</li> </ul>	03/12/2004
D	<p>Note d'information N°38: si salbutamol &gt; 500ng/mL, ne plus remettre l'échantillon.</p> <p>Réajustement du temps de séchage : 20 à 30 min (séchage plus rapide avec l'azote qu'avec l'air).</p> <p>Précision d'une étape : vortexer les tubes après ajout du réactif H.</p>	03/11/2005

**SPECIMEN**

**CONFIDENTIEL**

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-04
		Version : B Date : 03/11/2005 1/2
METHODE DE PREPARATION DU RECAL ET DU MIX - DEPISTAGE RAPIDE ANABO		

Documents utilisés: I-N-25, I-M-01, M-P-03B, I-TRAC-01.

Remplir l'enregistrement E-PMIX-04

**CONFIDENTIEL**

**OPÉRATIONS**

**MATÉRIEL**

**RÉACTIFS ET PRODUITS**

RECAL H	MIX MS2
Prise d'essai = 3 mL de tampon pB 6,5	Prise d'essai = 2 mL de blanc urinaire + 1 mL de tampon pH 6,5
Ajouter 50 µL de Recal H	Ajouter 50 µL de Mix MS2
Ajouter 100 µL de THC-M	
Agiter au vortex	
Ajouter 100 µL de SIm02	
Agiter au vortex	
Ajouter 100 µL de tampon pH=11	
Agiter au vortex	
Ajuster à pH = 9 en agitant au vortex	
Centrifuger 5 min	
Transvaser le surnageant	
Extraire par SPE selon la méthode ANABO CFI-N-25 et I-M-01	
Evaporer jusqu'à séchage complet (de 20 à 30 min)	
Sous la hotte et à température ambiante Ajouter 50 µL de réactif H et boucher les tubes	
Agiter au vortex	
Dérivier 20 min à 60°C	
Conditionner en vials préalablement identifiés selon I-TRAC-01	

Tubes 16x100  
Pipette 1-5 mL  
Cônes

**SPECIMEN**

Seringues de 50 µL

Seringues de 50 µL

Vortex

Pipette Eppendorf à déplacement  
positif et combitips

Vortex

Pipette Eppendorf à déplacement  
positif et combitips

Vortex

Papier pH7-14  
Vortex

Centrifugeuse à 4000 tr/min

Tubes à hémolyse 12,5x100

Gilson ASPEC XLA, cartouches Bond  
Elut C18, 200mg/3mL, bouchons  
d'étanchéité, tubes à hémolyse 12,5x75

Bain à sec à 60 °C + Soufflettes

Seringue  
Bouchons pour tubes 12,5x75

Vortex

Bain à sec  
Tubes fermés

Vial polypropylène à insert 200 µL  
Capsule à sertir  
Pipette, cônes 200 µL

Blanc urinaire < 5 jours (CH-FR.1)  
Solution tampon pH 6,5 (CH-FR.1)

Solution de Recal H (CH-FR.1)  
Solution de mix MS2 (CH-FR.1)

Solution de THC-M: STUP 32  
(CH-FR.1)

Solution de 17α méthyltestostérone  
+ Androstérone D4-glucuronide +  
salbu D3 (CH-FR.1)

Solution tampon pH 11

Flacons compte gouttes K2CO3,  
CH3COOH

URANCE QUALITÉ  
LNDD

Azote

Solution de réactif H Cf M-P-03B  
(CH-FR.1)

**APPLICABLE le**

**03 NOV. 2005**

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-04
		Version : B Date : 03/11/2005 2 / 2
<b>METHODE DE PREPARATION DU RECAL ET DU MIX - DEPISTAGE RAPIDE ANABO</b>		

Version	Responsable	Date	Signature
rédigé par	Marjorie CARIOU	02/11/2005	<i>M. Cariou</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	02/11/2005	<i>N. Mechin</i>
vérifié par	Aurélie LAURENT	03/11/2005	<i>A. Laurent</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	03/11/2005	<i>J. De Ceaurriz</i>

**ÉVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	03/12/2004
B	Réajustement du temps de séchage : 20 à 30 min (séchage à l'azote plus rapide qu'avec de l'air). Précision d'une étape : vortexer les échantillons après avoir ajouté le réactif H.	03/11/2005

**SPECIMEN**

**CONFIDENTIEL**



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : C Date : 09/07/2004 1/1
<b>COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE</b>		

*Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents*

Référence(s) du(des document(s) qualité concerné(s): <b>M_EXMIX_04</b>
--

Durée d'application de la modification:

TEMPORAIRE,    date de début d'application:.....    date de fin d'application:

DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des)doc.concerné(s))

date de début d'application: **12/7/15**

Modification apportée:

Lors de la préparation du Mix MS2, ajouter :

- 50 µl de Mix MS2 (comme indiqué dans le mode opératoire)
- + 10 µl de MIX bis

**SPECIMEN**

**CONFIDENTIEL**

LNDD  
ASSURANCE QUALITÉ

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:



Identification par un NUMERO **40**  
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

*L'original de cet enregistrement est à archiver vivant au Département Assurance Qualité*

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-02J
		Version : B
		Date : 18/07/2006
		1/1
<b>DEPISTAGE RAPIDE ANABO - FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES</b>		

Mode opératoire d'extraction : M-EX-04 Version: D

Date et n° de la mise en tube : 21107106-① Code du CQH: 028C

CO\*, densité et pH du BLU\*\* : 45 d: 1,005  
pH: 7 Code du CQ MS2: 007 B

n° Séries ou Echantillons : R 159127 994277 ; 2160127 994183 - 994181;  
~~ANABO~~ 177107

Opération	Date	Heure de début	Heure de récupération	Identification du matériel utilisé	CO* + paraphe
Stockage à +4°C	/		/		/
Ajout du Sim02	21107106	9R40		Code du Sim02 : 031A	ED 35
Mise à pH 7	21107106	9R45		Code du tampon pH 6.5: T06266-11	ED 35
Hydrolyse	21107106	9R50	10R55	DLU*** de la βglu: 16108106 Etuve n°: 5	ED 35
Mise à pH 9	21107106	11R15		Code du tampon pH 11: 250106	ED 35
Extraction	21107106	11R30	13R30	Gilson n°: 1	ED 35
Stockage à +4°C	/		/		/
Evaporation	21107106	13R30	14R20	Bain à sec n°: 7	ED 35
Dérivation	21107106	14R23	14R43	DLU*** du réactif H: 0268106	ED 35
Mise en vial	21107106	14R45		Bain à sec n°: 11	ED 35

\* CO : Code Opérateur - \*\* BLU : Blanc Urinaire - \*\*\*DLU : Date Limite d'Utilisation

L'original de cet enregistrement est à archiver dans le classeur C- Fiche de suivi ANABO et une photocopie est à mettre dans le dossier de chaque série.

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PMIX-04 Version : C Date : 18/07/2006 1/1
<b>DEPISTAGE RAPIDE ANABO - FICHE DE SUIVI DU MIX ET RECAL</b>		

Mode opératoire de préparation :

M-EXMIX-04

Version :

B

Préparation n° :

1

CO\*, densité, pH du BLU\*\* :

45 d: 1,005  
pH: 7

Code du RECAL H :

028A

Code du THCM :

STUP32-019-10

Code du MIX MS2 :

046B <sup>Kuo BSS</sup>  
02

Code du tampon pH 6,5 :

T060606-11

Opération	Date	Heure de début	Heure de récu ération	Identification du matériel utilisé	CO++ paraphe
Ajout du SIm 02	200706	AR10		Code du SIm 02 : 031A	ED 35
Mise à pH 9	200706	AR15		Code du tampon pH 11 : 250105	ED 35
Extraction	200706	AR30	2167105 <del>AR30</del>	Gilson n° : 1	ED 35
Evaporation	210706	GR05	GR30	Bain à sec n° : 18	ED 35
Dérivation	2107106	GR31	GR51	DLU *** du réactif H : 026806 Bain à sec n° : 11	ED 35
Mise en vial	210706	GR51			ED 35

\* CO : Code Opérateur

\*\* BLU : Blanc Urinaire

\*\*\* DLU : Date Limite d'Utilisation

*L'original de cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-PMIX.*

USADA 0044

C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN06B\_B.M

Control Information

Sample Inlet : GC  
Injection Source : GC/ALS  
Injection Location : ALS  
Use MS : Yes

6890 GC METHOD

OPEN

Initial temp: 170 'C (On)  
Initial time: 0.00 min

Maximum temp: 325 'C  
Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	3.00	230	0.00
2	30.00	300	4.67
3	0.0 (Off)		

Post temp: 0 'C  
Post time: 0.00 min  
Run time: 27.00 min

FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)

Mode: Split  
Initial temp: 280 'C (On)  
Pressure: 170.0 kPa (On)  
Split ratio: 10:1  
Split flow: 13.2 mL/min  
Total flow: 17.8 mL/min  
Gas saver: Off  
Gas type: Helium

BACK INLET (UNKNOWN)

COLUMN 1

Capillary Column  
Model Number: Agilent 19091Z-008

COLUMN 2  
(not installed)

Max temperature: 325 'C  
Nominal length: 17.0 m  
Nominal diameter: 200.00 um  
Nominal film thickness: 0.11 um  
Mode: constant pressure  
Pressure: 170.0 kPa  
Nominal initial flow: 1.3 mL/min  
Average velocity: 59 cm/sec  
Inlet: Front Inlet  
Outlet: MSD  
Outlet pressure: vacuum

FRONT DETECTOR (NO DET)

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz  
Type: test plot  
Save Data: Off  
Zero: 0.0 (Off)  
Range: 0  
Fast Peaks: Off  
Attenuation: 0

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz  
Type: test plot  
Save Data: Off  
Zero: 0.0 (Off)  
Range: 0  
Fast Peaks: Off  
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

(No Detectors Installed)

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

HEATMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater

Description:  
 Initial temp: 300 'C (On)  
 Initial time: 0.00 min  
 # Rate Final temp Final time  
 1 0.0(Off)

POST RUN  
 Post Time: 0.00 min

TIME TABLE  
 Time Specifier Parameter & Setpoint

GC Injector

Front Injector:  
 Sample Washes 0  
 Sample Pumps 3  
 Injection Volume 2.00 microliters  
 Syringe Size 10.0 microliters  
 PreInj Solvent A Washes 3  
 PreInj Solvent B Washes 3  
 PostInj Solvent A Washes 3  
 PostInj Solvent B Washes 3  
 Viscosity Delay 0 seconds  
 Plunger Speed Fast  
 PreInjection Dwell 0.00 minutes  
 PostInjection Dwell 0.00 minutes

Back Injector:  
 0 parameters specified

Column 1 Inventory Number : hp  
 Column 2 Inventory Number :

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Line File : atune.u  
 Acquisition Mode : Scan/SIM

Information

Solvent Delay : 3.00 min  
 Absolute : False  
 Offset : 200  
 Resulting EM Voltage : 1964.7

Raw Scan Parameters]

Low Mass : 50.0  
 High Mass : 800.0  
 Threshold : 150  
 Sample # : 1 A/D Samples 2

Sim Parameters]

GROUP 1  
 Group ID : 1  
 Resolution : Low  
 Not 1 Ion : 86.00  
 Masses/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
 ( 71.00, 10) ( 86.00, 10) (100.10, 10)  
 (178.10, 10) (223.20, 10) (266.20, 10)  
 (294.20, 10) (295.20, 10) (333.30, 10)  
 (348.30, 10) (356.30, 10) (369.30, 10)

(371.30,	10)	(372.30,	10)	(377.30,	10)
(392.30,	10)	(426.40,	10)	(440.40,	10)
(441.40,	10)				

GROUP 2  
 Group ID : 2  
 Resolution : Low  
 Group Start Time : 4.00  
 Plot 1 Ion : 86.00  
 Ions/Dwell In Group

( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)
( 86.00,	10)	(178.10,	10)	(266.20,	10)
(300.30,	10)	(333.30,	10)	(335.30,	10)
(348.30,	10)	(369.30,	10)	(371.30,	10)
(372.30,	10)	(440.40,	10)	(441.40,	10)

GROUP 3  
 Group ID : 3  
 Resolution : Low  
 Group Start Time : 5.00  
 Plot 1 Ion : 86.00  
 Ions/Dwell In Group

( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)
( 72.00,	10)	( 86.00,	10)	( 98.00,	10)
(104.10,	10)	(175.10,	10)	(190.10,	10)
(200.20,	10)	(209.20,	10)	(217.20,	10)
(234.20,	10)	(266.20,	10)	(275.20,	10)
(276.20,	10)	(291.20,	10)	(293.20,	10)
(300.30,	10)	(308.30,	10)	(309.30,	10)
(335.30,	10)	(361.30,	10)	(410.40,	10)
(417.40,	10)	(432.40,	10)	(433.40,	10)
(491.40,	10)	(505.50,	10)	(520.50,	10)

GROUP 4  
 Group ID : 4  
 Resolution : Low  
 Group Start Time : 10.00  
 Plot 1 Ion : 86.00  
 Ions/Dwell In Group

( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)
( 86.00,	10)	(143.10,	10)	(194.10,	10)
(235.20,	10)	(272.20,	10)	(358.30,	10)
(362.30,	10)	(405.40,	10)	(417.40,	10)
(420.40,	10)	(422.40,	10)	(432.40,	10)
(436.40,	10)	(448.40,	10)	(491.40,	10)
(505.50,	10)	(520.50,	10)		

GROUP 5  
 Group ID : 5  
 Resolution : Low  
 Group Start Time : 11.50  
 Plot 1 Ion : 169.10  
 Ions/Dwell In Group

( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)
(169.10,	10)	(225.20,	10)	(241.20,	10)
(275.20,	10)	(315.30,	10)	(329.30,	10)
(341.30,	10)	(405.40,	10)	(417.40,	10)
(419.40,	10)	(420.40,	10)	(422.40,	10)
(431.40,	10)	(432.40,	10)	(433.40,	10)
(434.40,	10)	(438.40,	10)	(446.40,	10)
(448.40,	10)				

GROUP 6  
 Group ID : 6  
 Resolution : Low  
 Group Start Time : 13.00  
 Plot 1 Ion : 91.00  
 Ions/Dwell In Group

( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)
( 91.00,	10)	(144.10,	10)	(169.10,	10)
(194.10,	10)	(209.20,	10)	(220.20,	10)
(225.20,	10)	(241.20,	10)	(270.20,	10)
(275.20,	10)	(310.30,	10)	(315.30,	10)
(326.30,	10)	(329.30,	10)	(341.30,	10)
(343.30,	10)	(345.30,	10)	(353.30,	10)
(393.30,	10)	(395.30,	10)	(405.40,	10)
(417.40,	10)	(419.40,	10)	(431.40,	10)

(432.40,	10)	(433.40,	10)	(434.40,	10)
(435.40,	10)	(443.40,	10)	(446.40,	10)
(448.40,	10)	(482.40,	10)	(485.40,	10)

GROUP 7  
 Group ID : 7  
 Resolution : Low  
 Group Start Time : 14.00  
 Plot 1 Ion : 130.10  
 Ions/Dwell In Group

( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)
(129.10,	10)	(130.10,	10)	(194.10,	10)
(206.20,	10)	(208.20,	10)	(209.20,	10)
(220.20,	10)	(221.20,	10)	(234.20,	10)
(270.20,	10)	(275.20,	10)	(307.30,	10)
(322.30,	10)	(326.30,	10)	(339.30,	10)
(341.30,	10)	(343.30,	10)	(345.30,	10)
(353.30,	10)	(360.30,	10)	(368.30,	10)
(412.40,	10)	(413.40,	10)	(415.40,	10)
(417.40,	10)	(428.40,	10)	(430.40,	10)
(431.40,	10)	(432.40,	10)	(433.40,	10)
(434.40,	10)	(435.40,	10)	(437.70,	10)
(443.40,	10)	(444.40,	10)	(446.40,	10)
(448.40,	10)	(452.40,	10)	(485.40,	10)

GROUP 8  
 Group ID : 8  
 Resolution : Low  
 Group Start Time : 15.00  
 Plot 1 Ion : 130.10  
 Ions/Dwell In Group

( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)
(129.10,	10)	(130.10,	10)	(143.10,	10)
(157.10,	10)	(195.10,	10)	(206.20,	10)
(208.20,	10)	(234.20,	10)	(270.20,	10)
(284.20,	10)	(301.30,	10)	(331.30,	10)
(343.30,	10)	(360.30,	10)	(415.40,	10)
(417.40,	10)	(421.40,	10)	(430.40,	10)
(431.40,	10)	(432.40,	10)	(437.40,	10)
(446.40,	10)	(448.40,	10)	(449.40,	10)
(451.40,	10)	(452.40,	10)	(466.40,	10)
(468.40,	10)	(522.50,	10)		

GROUP 9  
 Group ID : 9  
 Resolution : Low  
 Group Start Time : 16.50  
 Plot 1 Ion : 246.20  
 Ions/Dwell In Group

( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)
(246.20,	10)	(301.30,	10)	(355.30,	10)
(371.30,	10)	(393.30,	10)	(424.40,	10)
(431.40,	10)	(439.40,	10)	(441.40,	10)
(445.40,	10)	(446.40,	10)	(456.40,	10)
(460.40,	10)	(473.40,	10)	(488.40,	10)
(507.20,	10)	(522.50,	10)		

GROUP 10  
 Group ID : 10  
 Resolution : Low  
 Group Start Time : 17.40  
 Plot 1 Ion : 117.10  
 Ions/Dwell In Group

( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)	( Mass,	Dwell)
(117.10,	10)	(205.20,	10)	(267.20,	10)
(279.20,	10)	(282.20,	10)	(301.30,	10)
(319.30,	10)	(355.30,	10)	(371.30,	10)
(413.40,	10)	(441.40,	10)	(445.40,	10)
(456.40,	10)	(460.40,	10)	(473.40,	10)
(488.40,	10)	(489.40,	10)	(501.50,	10)
(503.50,	10)	(504.50,	10)	(516.50,	10)
(518.50,	10)				

GROUP 11  
 Group ID : 11  
 Resolution : Low

Group Start Time : 18.50  
 Plot 1 Ion : 143.10  
 Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
 ( 58.00, 10) ( 72.00, 10) (143.10, 10)  
 (294.20, 10) (307.30, 10) (319.30, 10)  
 (335.30, 10) (387.30, 10) (393.30, 10)  
 (402.40, 10) (405.40, 10) (429.40, 10)  
 (430.40, 10) (431.40, 10) (433.40, 10)  
 (445.40, 10) (454.40, 10) (462.40, 10)  
 (469.40, 10) (470.40, 10) (503.50, 10)  
 (505.50, 10) (507.50, 10) (517.50, 10)  
 (518.50, 10) (520.50, 10) (522.50, 10)  
 (532.50, 10) (552.50, 10) (627.60, 10)

GROUP 12 : 12  
 Group ID : Low  
 Resolution : 20.00  
 Group Start Time : 20.00  
 Plot 1 Ion : 143.10  
 Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
 ( 58.00, 10) ( 72.00, 10) (143.10, 10)  
 (294.20, 10) (301.30, 10) (308.30, 10)  
 (322.30, 10) (343.30, 10) (349.30, 10)  
 (370.30, 10) (383.30, 10) (387.30, 10)  
 (393.30, 10) (402.40, 10) (403.40, 10)  
 (405.40, 10) (422.40, 10) (460.40, 10)  
 (462.40, 10) (484.40, 10) (489.40, 10)  
 (507.50, 10) (512.50, 10) (517.50, 10)  
 (519.50, 10) (522.50, 10) (532.50, 10)  
 (534.50, 10) (536.50, 10) (543.50, 10)  
 (545.50, 10) (552.50, 10) (558.50, 10)

GROUP 13 : 13  
 Group ID : Low  
 Resolution : 21.00  
 Group Start Time : 21.00  
 Plot 1 Ion : 58.00  
 Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
 ( 58.00, 10) ( 72.00, 10) (143.10, 10)  
 (243.20, 10) (301.30, 10) (308.30, 10)  
 (315.30, 10) (322.30, 10) (334.30, 10)  
 (335.30, 10) (349.30, 10) (370.30, 10)  
 (383.30, 10) (403.40, 10) (424.40, 10)  
 (425.40, 10) (440.40, 10) (460.40, 10)  
 (462.40, 10) (484.40, 10) (489.40, 10)  
 (519.50, 10) (534.50, 10) (536.50, 10)  
 (543.50, 10) (545.50, 10) (548.50, 10)  
 (550.50, 10) (552.50, 10) (558.50, 10)

GROUP 14 : 14  
 Group ID : Low  
 Resolution : 21.50  
 Group Start Time : 21.50  
 Plot 1 Ion : 58.00  
 Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
 ( 58.00, 10) ( 72.00, 10) ( 86.00, 10)  
 (100.10, 10) (143.10, 10) (243.20, 10)  
 (308.30, 10) (315.30, 10) (334.30, 10)  
 (335.30, 10) (424.40, 10) (425.40, 10)  
 (440.40, 10) (460.40, 10) (489.40, 10)  
 (493.40, 10) (548.50, 10) (550.50, 10)  
 (636.60, 10)

GROUP 15 : 15  
 Group ID : Low  
 Resolution : 22.30  
 Group Start Time : 22.30  
 Plot 1 Ion : 254.20  
 Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
 ( 86.00, 10) (100.10, 10) (254.20, 10)  
 (262.20, 10) (368.30, 10) (369.30, 10)  
 (396.30, 10) (450.40, 10) (468.40, 10)



(493.40,	10)	(506.50,	10)	(524.50,	10)
(527.50,	10)	(545.50,	10)	(554.50,	10)
(560.50,	10)	(572.50,	10)	(616.60,	10)
(632.60,	10)	(636.60,	10)		

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C  
 MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

TUNE PARAMETERS for SN: US10340332

-----

EMISSION :	34.610
ENERGY :	69.922
REPELLER :	34.814
IONFOCUS :	90.157
ENTRANCE_LE :	9.500
EMVOLTS :	1764.706
EMUGAIN :	1829.000
EMUOFFSET :	136.000
FILAMENT :	2.000
DCPOLARITY :	0.000
ENTLENSOFFS :	17.318
EMASSGAIN :	-179.000
EMASSOFFSET :	-12.000

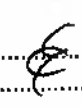
END OF TUNE PARAMETERS

-----

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

-----

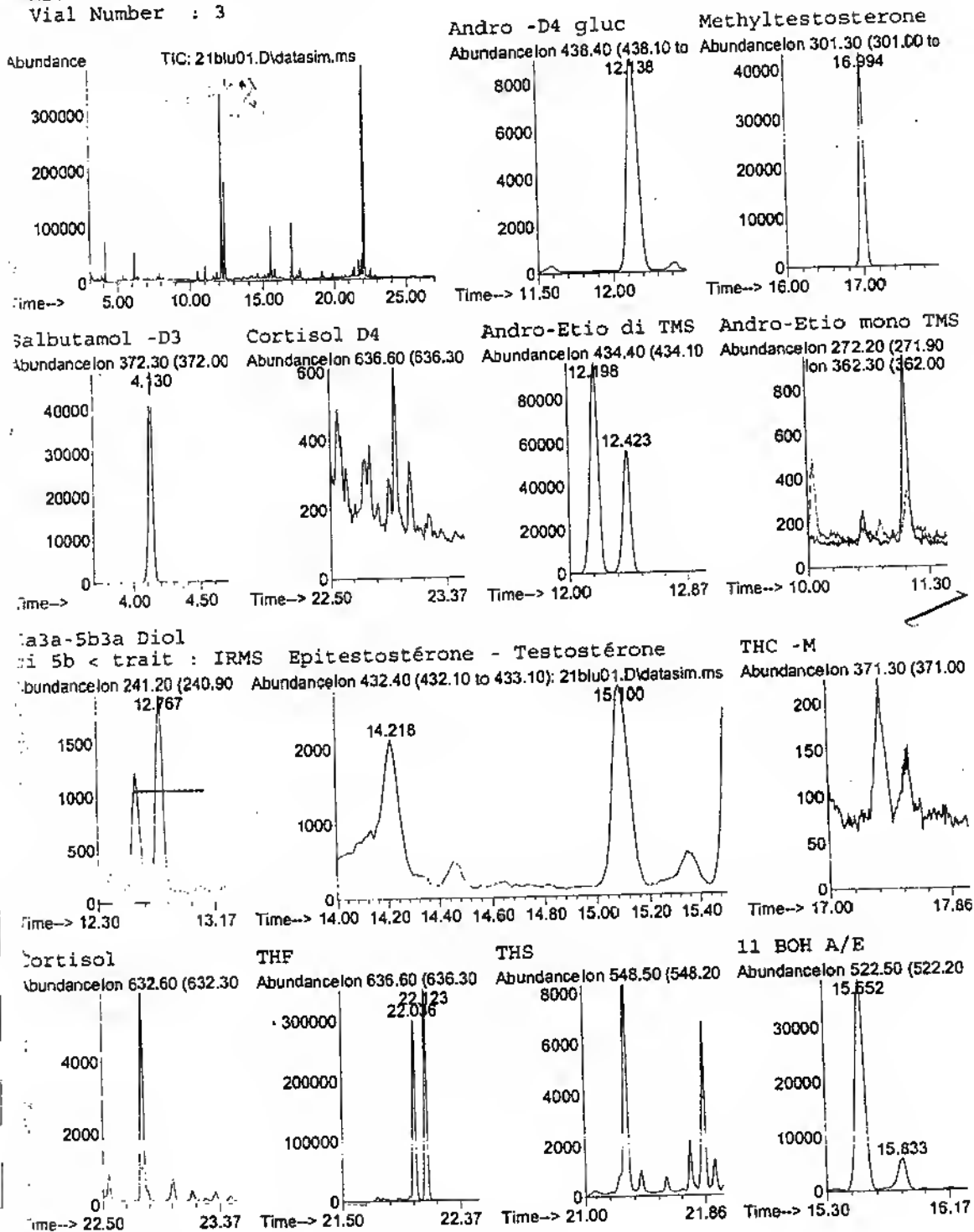
Data File Path C:\MSD18\JUILLET06\2107\  
 Data File Name 21blu01.D  
 Operator m37p35  
 Acq. Method File MAN06B\_B.M  
 Sample Name 2107 blu 2107 H1  
 Misc Info  
 Vial Number 3  
 Instrument Name GC M5D  
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes  
 Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006  
 Fichier recal utilise 21rc103.0

Date : 22/07/06  
 Opérateur : L.O.  
 C [ ] HC [ ]  
 Résultats : Négatif [ ]  
 A vérifier [ ]  
 Remarques : 

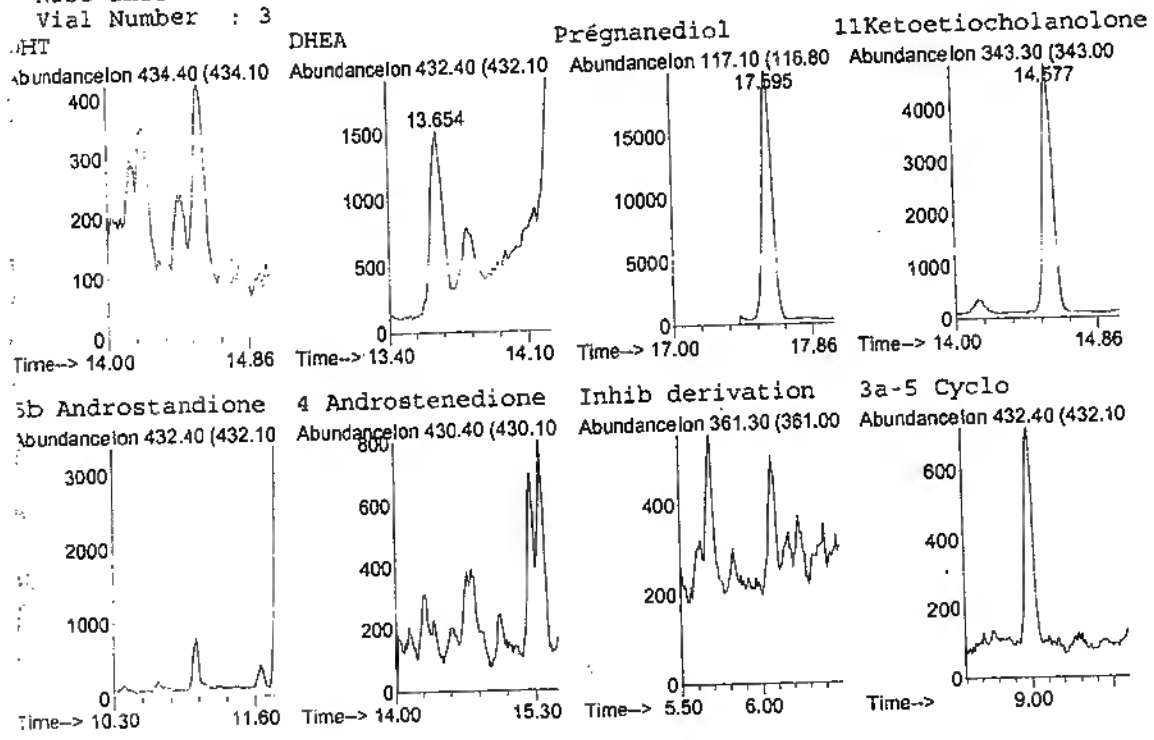
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.00	301.3	Methyltestosterone	1,788,970	200	ng/ml
2)		12.14	438.4	Andro -D4 gluc	453,060	798	ng/ml
3)		4.13	372.3	Salbutamol -D3	1,030,764	194	ng/ml
4)		12.20	434.4	Androsterone	3,875,172	710	ng/ml
5)		12.42	434.4	Etiocholanolone	2,128,068	381	ng/ml
6)		0.00	241.2	5a3a diol	0	0	ng/ml
7)		12.77	241.2	5b3a diol	67,799	23	ng/ml
8)		0.00	117.1	Pregnadiol	0	0	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		13.65	432.4	DHEA	50,289	10	ng/ml
11)		14.22	432.4	Epitestosterone	115,169	9	ng/ml
12)		15.10	432.4	Testosterone	118,839	8	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0	-45	ng/ml
15)		15.83	522.5	11 bOH Etiocholanolone	223,951	43	ng/ml
16)		21.29	548.5	THS	181,600	14	ng/ml
17)		22.04	636.6	THF	4,385,482	355	ng/ml
18)		0.00	632.6	Cortisol	0	0	ng/ml
19)		14.58	343.3	11 Ketoetiocholanolone	205,105	49	ng/ml
20)		10.15	432.4	3a-5C	1,445		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelles de rejet
Ad4 glu / Si *100	25.3		< 19.1
T / ET	1.0		Rapport > 4
Testosterone		8.5	Concentration > 200
Epitestosterone		9.2	Concentration > 200
Androsterone		710	Concentration > 10000
Etiocholanolone		381	Concentration > 10000
DHEA		10	Concentration > 200
DHT		0	Concentration > 20
Andro / Etio	1.8		Rapport > 3
5a3a / 5b3a diol	0.0		Rapport > 2
THC -M		0.0	Concentration > 15
Salb/Salb D3 * 100	0	-45.0	Concentration > 75
Cortisol / THS		0.0	Pour info (R&D)
THF / THS		25.8	
11 bOH etlo / THS		3.1	
THF		355	
SI/3a5c	1237.8		

File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21blu01.D\da  
 Operator: m37p35  
 Date Acquired: 21 Jul 06 3:36 pm  
 Instrument: GC MSD  
 Method File: MAN06B B.M  
 Sample Name: 2107 blu 2107 H1  
 Misc Info:  
 Vial Number : 3



File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21blu01.D\da  
 Operator: m37p35  
 Date Acquired: 21 Jul 06 3:36 pm  
 Instrument: GC MSD  
 Method File: MAN06B\_B.M  
 Sample Name: 2107 blu 2107 H1  
 Misc Info:  
 Vial Number : 3



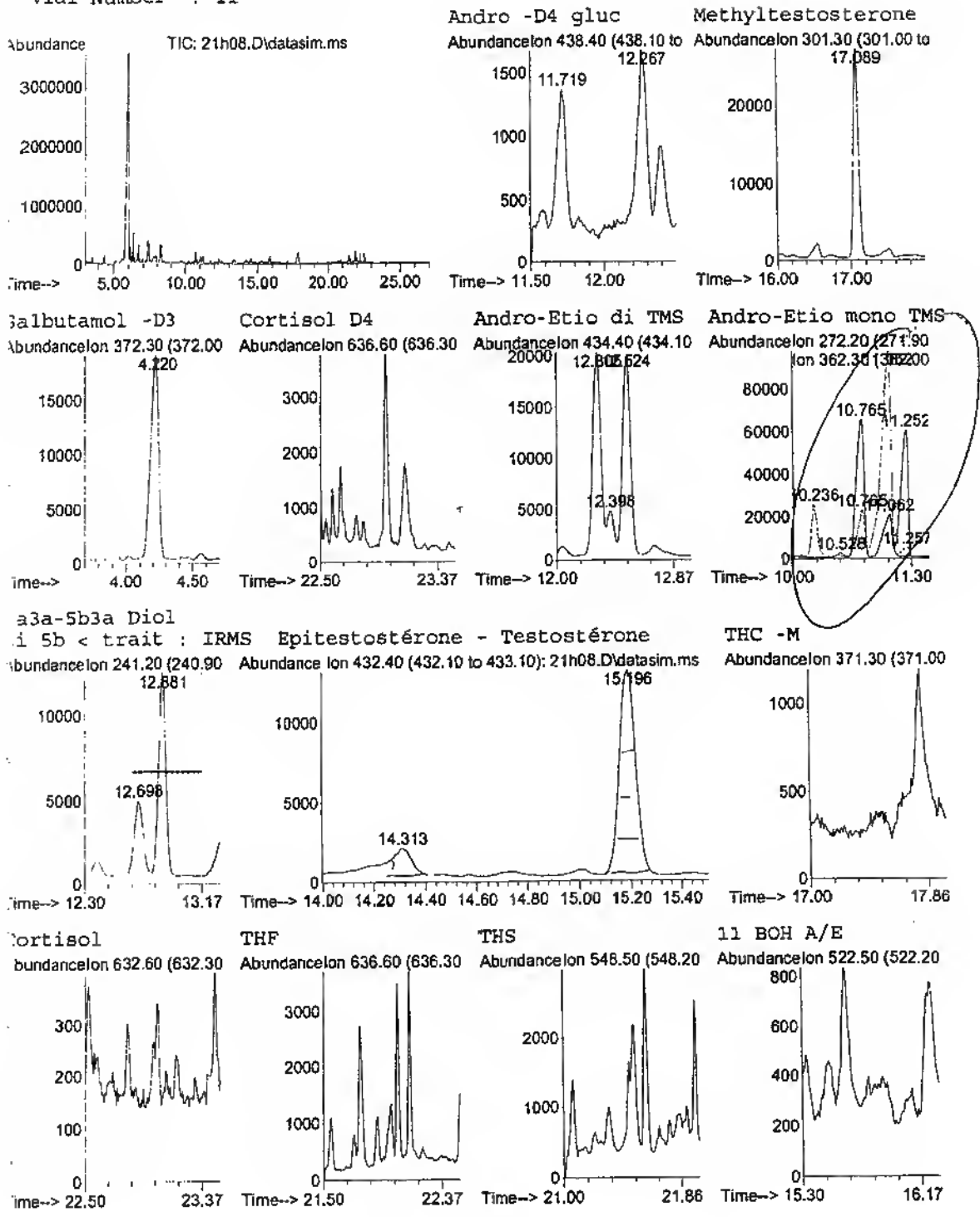
Data File Path C:\MSD18\juillet06\2107\  
 Data File Name 21h08.D  
 Operator m37p35  
 Acq. Method File MAN06B\_B.M  
 Sample Name 178/07 995474 H  
 Misc Info  
 Vial Number 11  
 Instrument Name GC MSD  
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes  
 Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006  
 Fichier recal utilise 21rci03.D

Date : 22/07/06  
 Opérateur : 18  
 C [ ] HC [ ]  
 Résultats : Négatif [ ]  
 A vérifier [X]  
 Remarques : T/E  
 Inhibiteurs de dérivaison

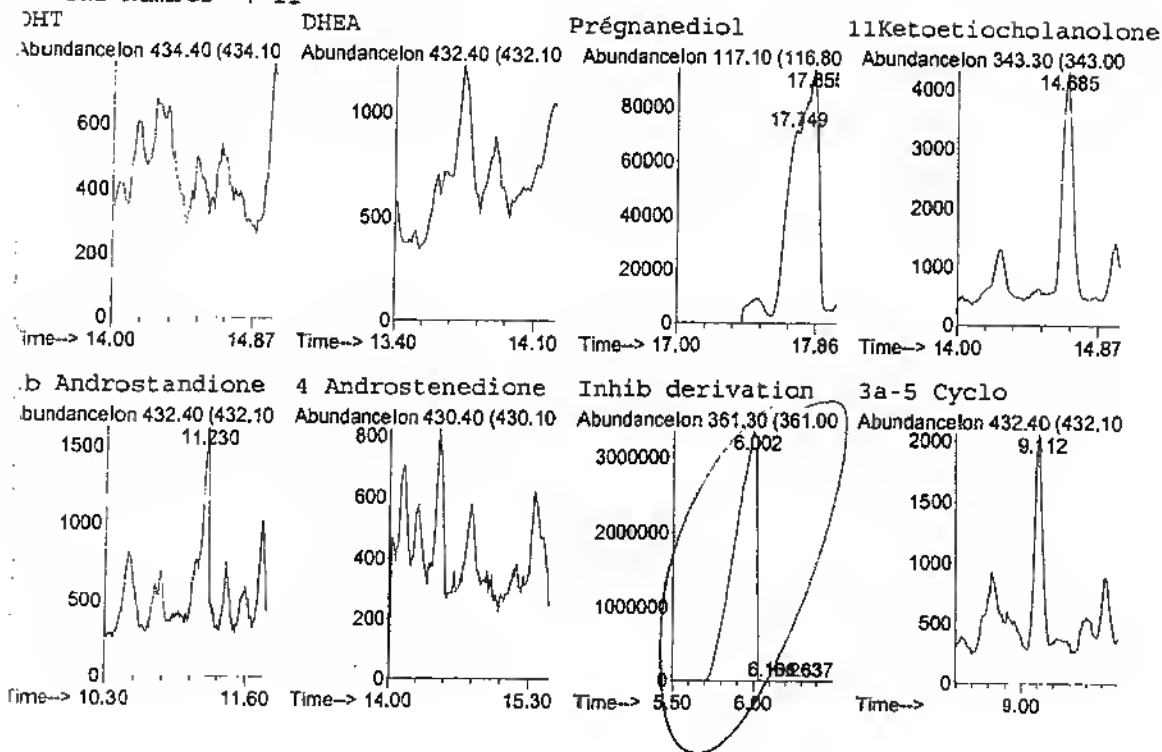
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.09	301.3	Methyltestosterone	1,209,250	200	ng/ml
2)		12.27	438.4	Andro -D4 gluc	62,604	163	ng/ml
3)		4.22	372.3	Salbutamol -D3	814,633	226	ng/ml
4)		12.30	434.4	Androsterone	846,467	230	ng/ml
5)		12.52	434.4	Etiocholanolone	813,037	215	ng/ml
6)		12.70	241.2	5a3a diol	197,002	96	ng/ml
7)		12.88	241.2	5b3a diol	439,619	224	ng/ml
8)		17.85	117.1	Pregnanediol	10,142,344	1316	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		0.00	432.4	DHEA	0	0	ng/ml
11)		14.30	432.4	Epitestosterone	116,467	14	ng/ml
12)		15.20	432.4	Testosterone	575,745	61	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0	-45	ng/ml
15)		0.00	522.5	11 bOH Etiocholanolone	0	0	ng/ml
16)		0.00	548.5	THS	0	0	ng/ml
17)		0.00	636.6	THF	0	0	ng/ml
18)		0.00	632.6	Cortisol	0	0	ng/ml
19)		14.68	343.3	11 Ketoetiocholanolone	183,640	65	ng/ml
20)		10.25	432.4	3a-5C	23,035		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelles de rejet
Ad4 glu / SI *100	5.2		< 19.1
T / ET	4.9		Rapport > 4
Testosterone		60.6	Concentration > 200
Epitestosterone		13.7	Concentration > 200
Androsterone		230	Concentration > 10000
Etiocholanolone		215	Concentration > 10000
DHEA		0	Concentration > 200
DHT		0	Concentration > 20
Andro / Etio	1.0		Rapport > 3
5a3a / 5b3a diol	0.4		Rapport > 2
THC -M		0.0	Concentration > 15
Salb/Salb 03 * 100	0	-45.0	Concentration > 75
Cortisol / THS		#DIV/0!	Pour info (R&O)
THF / THS		#DIV/0!	
11 bOH etio / THS		#DIV/0!	
THF		0	
SI/3a5c	52.5		

File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21h08.D\da  
 Operator: m37p35  
 Date Acquired: 21 Jul 06 7:36 pm  
 Instrument: GC MSD  
 Method File: MAN06B\_B.M  
 Sample Name: 178/07 995474 H  
 Misc Info:  
 Vial Number : 11



File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21h08.D\da  
 Operator: m37p35  
 Date Acquired: 21 Jul 06 7:36 pm  
 Instrument: GC MSD  
 Method File: MAN06B\_B.M  
 Sample Name: 178/07\_995474 H  
 Misc Info:  
 Vial Number : 11



Data File Path D:\msd19\jul07\2507\17807474.D  
 Data File Name 17807474.D  
 Operator M45P35  
 Acq. Method File MAN06B\_B.M  
 Sample Name 178/07 995474 H  
 Misc Info  
 Vial Number 2  
 Instrument Name MSD 19  
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes  
 Last Calibration Update Tue Jul 25 15:15:32 2006  
 Fichier recal utilise 25rc101.D

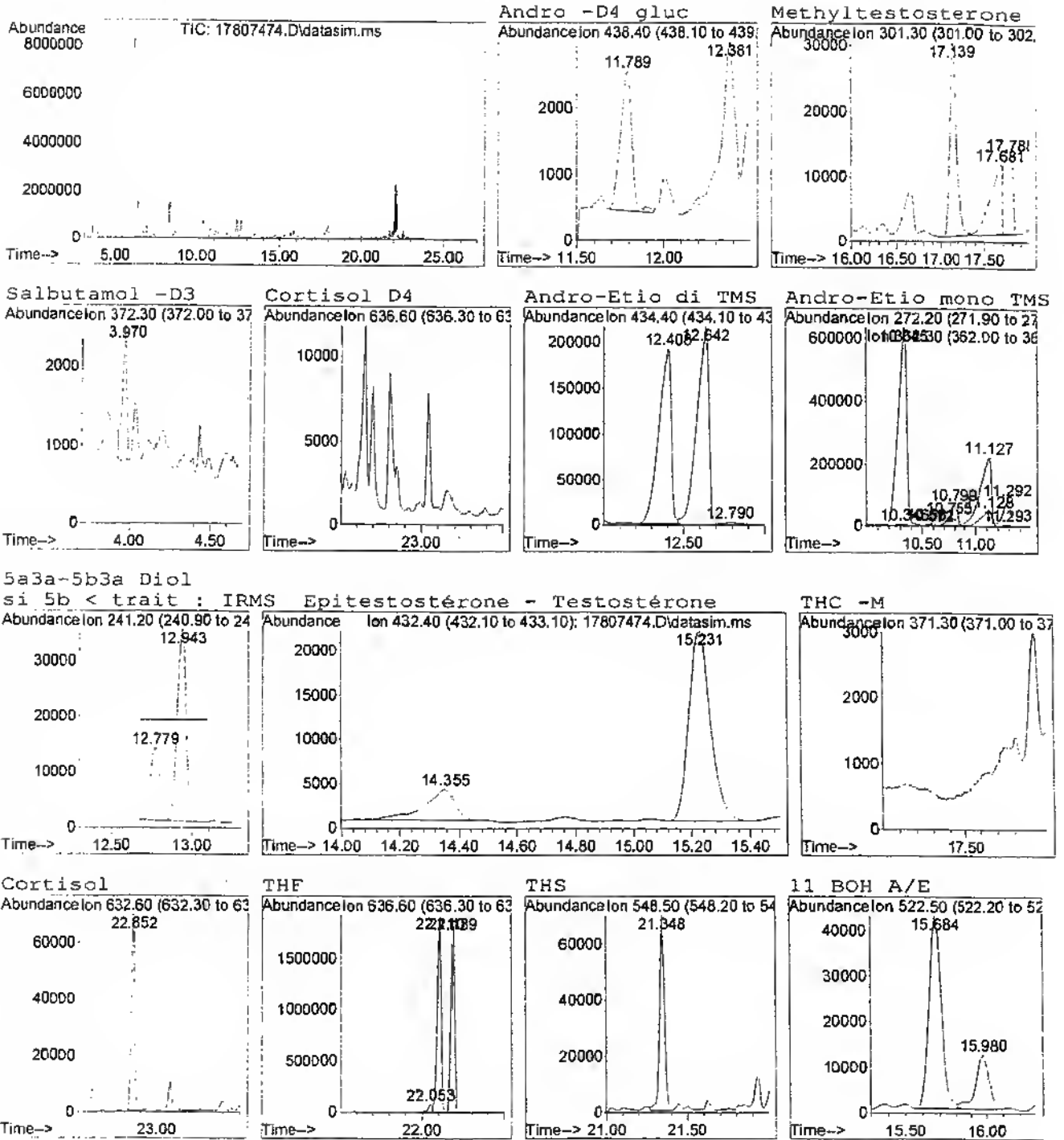
Date : .....25/07/06.....  
 Opérateur : .....10.....  
 C [ ] HC [ ]  
 Résultats : Négatif [ ]  
 A vérifier [ ]  
 Remarques :  
 Vial de conf. reinspecté  
 en screening

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.14	301.3	Methyltestosterone	1,731,969	100	ng/ml
2)		12.38	438.4	Andro -D4 gluc	104,768	170	ng/ml
3)		0.00	372.3	Salbutamol -D3	0	0	ng/ml
4)		12.41	434.4	Androsterone	9,973,015	1658	ng/ml
5)		12.64	434.4	Etiocolanolone	11,119,071	1639	ng/ml
6)		12.78	241.2	5a3a diol	524,770	97	ng/ml
7)		12.94	241.2	5b3a diol	1,240,694	227	ng/ml
8)		17.79	117.1	Pregnanediol	19,393,646	487	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		13.81	432.4	DHEA	151,077	21	ng/ml
11)		14.35	432.4	Epitestosterone	214,591	11	ng/ml
12)		15.23	432.4	Testosterone	1,093,773	50	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0	#DIV/0!	ng/ml
15)		15.98	522.5	11 bOH Etiocolanolone	554,334	130	ng/ml
16)		21.35	548.5	THS	1,376,986	88	ng/ml
17)		22.11	636.6	THF	32,301,427	2915	ng/ml
18)		22.85	632.6	Cortisol	1,008,236	143	ng/ml
19)		14.73	343.3	11 Ketoetiocolanolone	2,541,956	309	ng/ml
20)		0.00	241.2	3a-5C	0		ng/ml

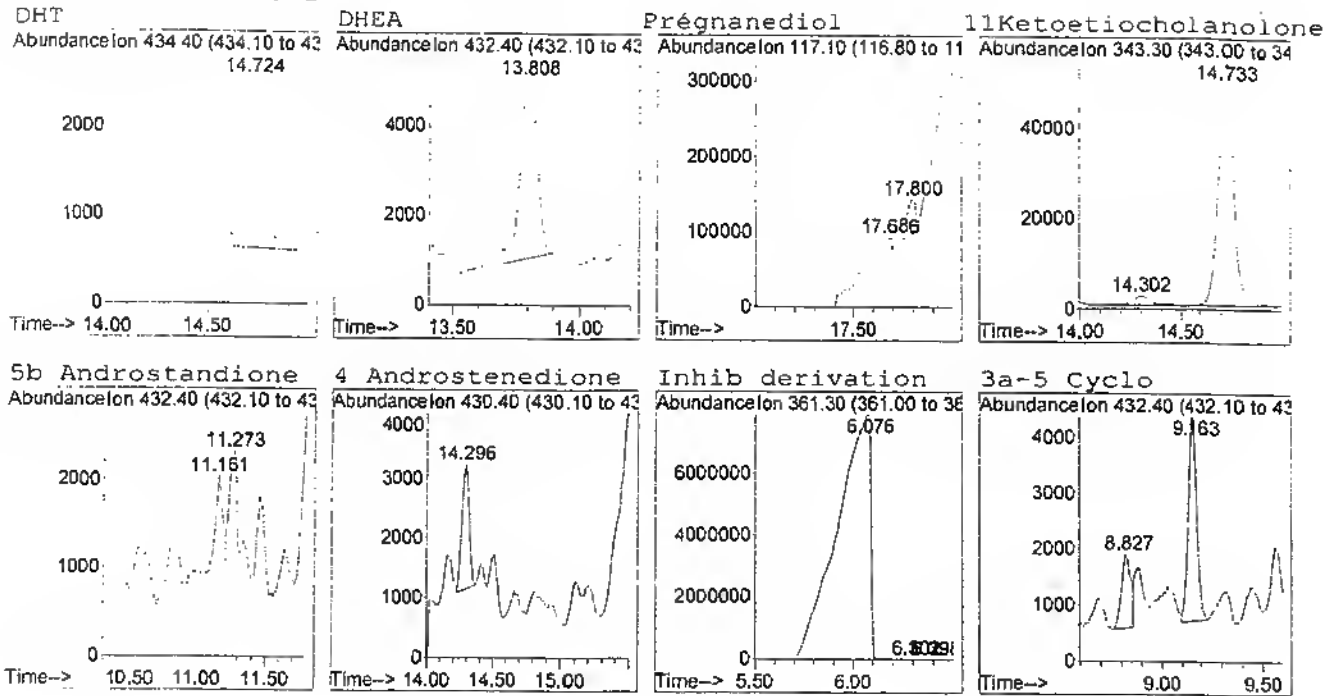
	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelles de rejet
Ad4 glu / Si *100	6.0		< 12.9
T / ET	5.1		Rapport > 4
Testosterone		49.7	Concentration > 200
Epitesto		11.1	Concentration > 200
Androsterone		1,658	Concentration. > 10000
Etiocolanolone		1,639	Concentration > 10000
DHEA		20.6	Concentration > 200
DHT		0.0	Concentration > 20
Andro / Etlo	0.9		Rapport > 3
5a3a / 5b3a diol	0.4		Rapport > 2
THC -M		0.0	Concentration > 15
Salb/Salb D3 * 100	#DIV/0!	#DIV/0!	Concentration > 75
Cortisol / THS		1.6	Pour info (R&D)
THF / THS		33.1	
11 bOH etio / THS		1.5	
THF		2915	
SI/3a5c	#DIV/0!		



File: D:\MSD19\JUIL07\2507\17807474.D\da  
 Operator: M45P35  
 Date Acquired: 25 Jul 06 10:42 am  
 Instrument: MSD 19  
 Method File: MAN06B\_B.M  
 Sample Name: 178/07\_995474 H  
 Misc Info:  
 Vial Number : 2



File: D:\MSD19\JUIL07\2507\17807474.D\da  
 Operator: M45P35  
 Date Acquired: 25 Jul 06 10:42 am  
 Instrument: MSD 19  
 Method File: MAN06B\_B.M  
 Sample Name: 178/07\_995474 H  
 Misc Info:  
 Vial Number : 2



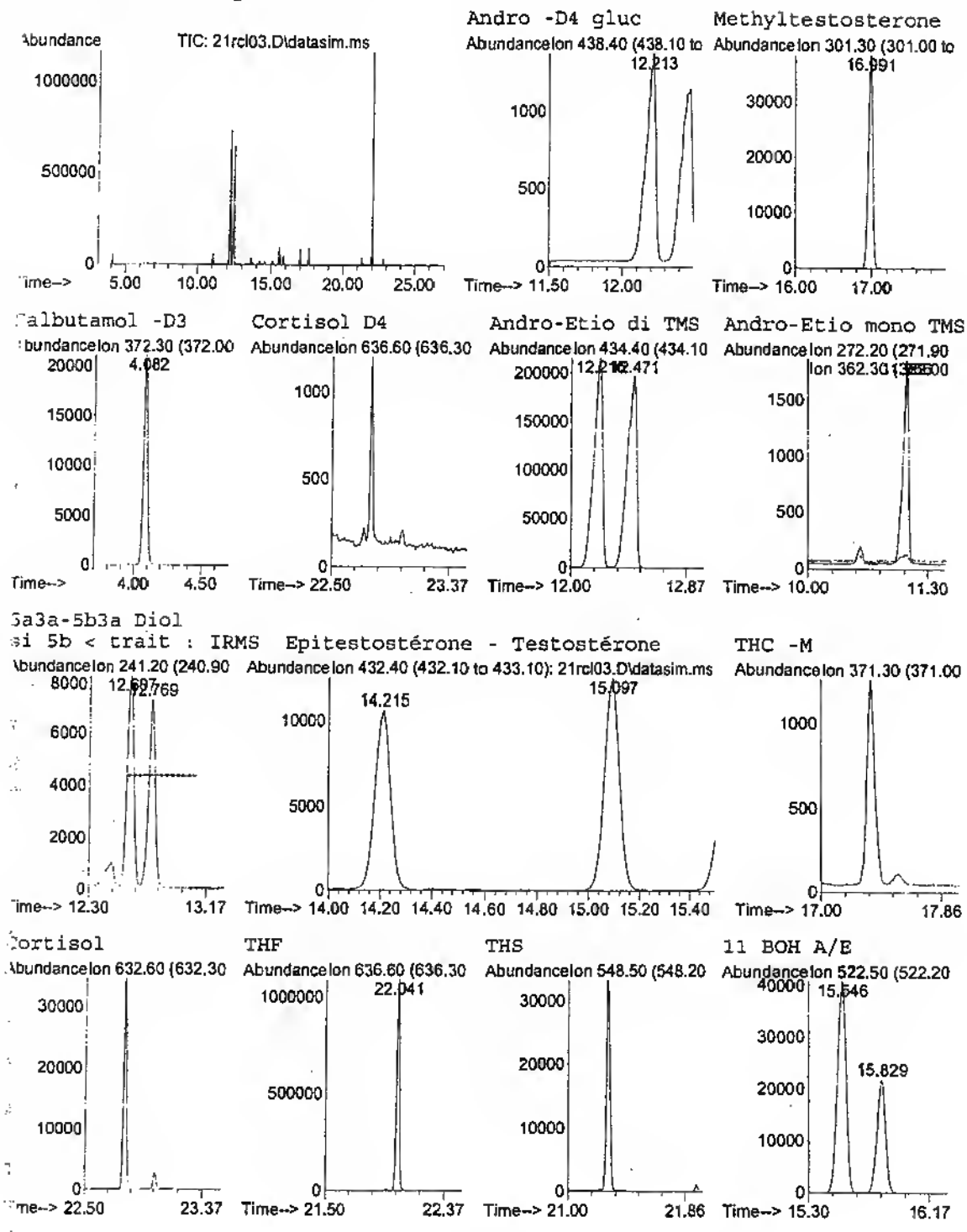
Data File Path C:\MSD18JUILLET0612107  
 Data File Name 21rc103.D  
 Operator  
 Acq. Method File MAN06B\_B.M  
 Sample Name 2107 rc1 028 2007 H1  
 Misc Info  
 Vial Number 1  
 Instrument Name GC MSD  
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes  
 Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006  
 Fichier recal utilise 21rc103.D

Date : 21/7/06  
 Opérateur : JF  
 C [ ] HC [ ]  
 Résultats : Négatif [ ]  
 A vérifier [ ]  
 Remarques :  
 RCL CONFORME avec EA 96

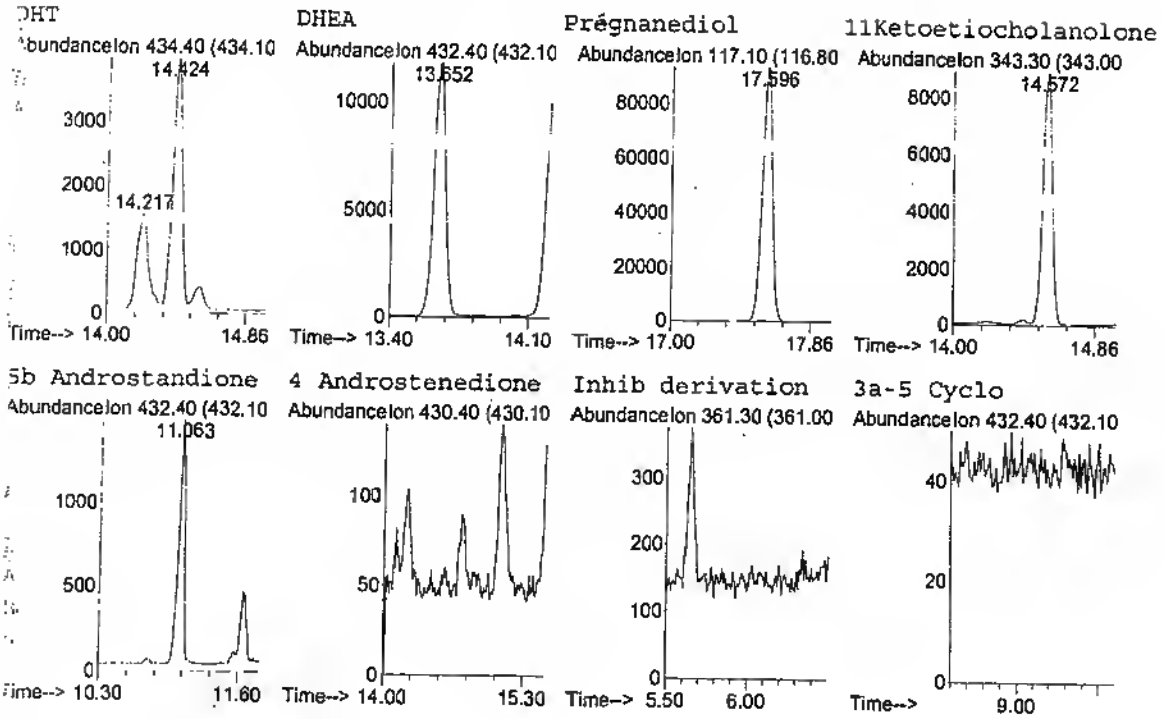
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	16.99	301.3	Methyltestosterone	1,587,292	200	ng/ml
2)		12.21	438.4	Andro -D4 gluc	62,992	125	ng/ml
3)		4.08	372.3	Salbutamol -D3	472,321	100	ng/ml
4)		12.22	434.4	Androsterone	9,682,254	2000	ng/ml
5)		12.47	434.4	Etiocholanolone	9,908,352	2000	ng/ml
6)		12.61	241.2	5a3a diol	268,022	100	ng/ml
7)		12.77	241.2	5b3a diol	257,498	100	ng/ml
8)		17.60	117.1	Pregnanediol	4,046,186	400	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		13.65	432.4	DHEA	457,571	100	ng/ml
11)		14.22	432.4	Epitestosterone	446,439	40	ng/ml
12)		15.10	432.4	Testosterone	498,991	40	ng/ml
13)		17.36	371.3	THC -M	49,013	15	ng/ml
14)		4.10	369.3	Salbutamol	443,177	94	ng/ml
15)		15.83	522.5	11 bOH Etiocholanolone	923,980	200	ng/ml
16)		21.29	548.5	THS	585,640	50	ng/ml
17)		22.04	636.6	THF	16,444,095	1500	ng/ml
18)		22.80	632.6	Cortisol	473,452	50	ng/ml
19)		14.57	343.3	11 Ketoetiocholanolone	369,571	100	ng/ml
20)		0.00	432.4	3a-5C	0		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelles de rejet
Ad4 glu / SI *100	4.0		< 19.1
T / ET	1.1		Rapport > 4
Testosterone		40.0	Concentration > 200
Epitestosterone		40.0	Concentration > 200
Androsterone		2,000	Concentration > 10000
Etiocholanolone		2,000	Concentration > 10000
DHEA		100	Concentration > 200
DHT		0	Concentration > 20
Andro / Etio	1.0		Rapport > 3
Sa3a / 5b3a diol	1.0		Rapport > 2
THC -M		15.0	Concentration > 15
Salb/Salb D3 * 100	94	93.9	Concentration > 75
Cortisol / THS		1.0	Pour Info (R&D)
THF / THS		30.0	
11 bOH etio / THS		4.0	
THF		1500	
SI/3a5c	#DIV/0!		

File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21rc103.D\da  
 Operator:  
 Date Acquired: 21 Jul 06 12:59 pm  
 Instrument: GC MSD  
 Method File: MAN06B\_B.M  
 Sample Name: 2107 rcl 028 2007 H1  
 Misc Info:  
 Vial Number : 1



File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21rcl03.D\da  
 Operator:  
 Date Acquired: 21 Jul 06 12:59 pm  
 Instrument: GC MSD  
 Method File: MAN06B\_B.M  
 Sample Name: 2107 rcl 028 2007 H1  
 Misc Info:  
 Vial Number : 1



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM</b> (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : MSD 18

Date : 21/7/06

**1 - Source d'ionisation**

		Oui	Non
MSD	Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	Repeller < 35	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Polaris	Ion time > 2 ms	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

**2 - Etanchéité du système**

		Oui	Non
MSD	18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 44/69 (CO2) < 10%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	Polaris	Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18	<input type="checkbox"/>

Observations :

**3 - Sensibilité**

		Oui	Non
Screening	Recal / Mix conforme	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Conf	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

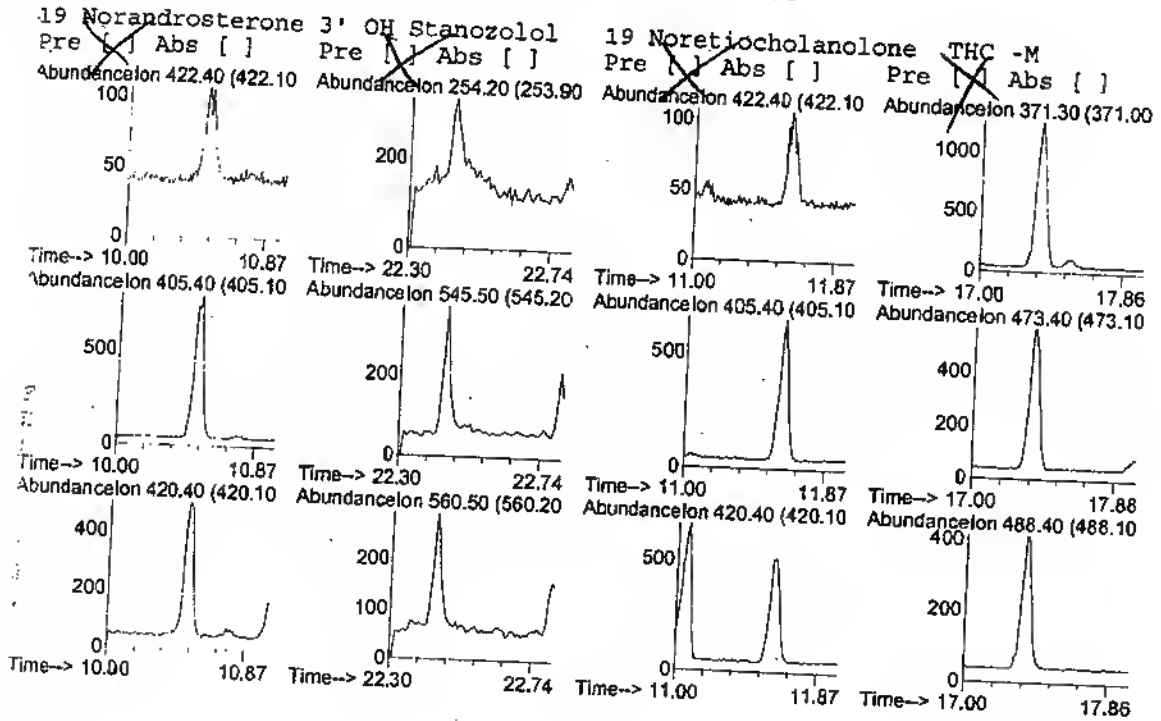
conforme avec  
EA 96.

Observations :

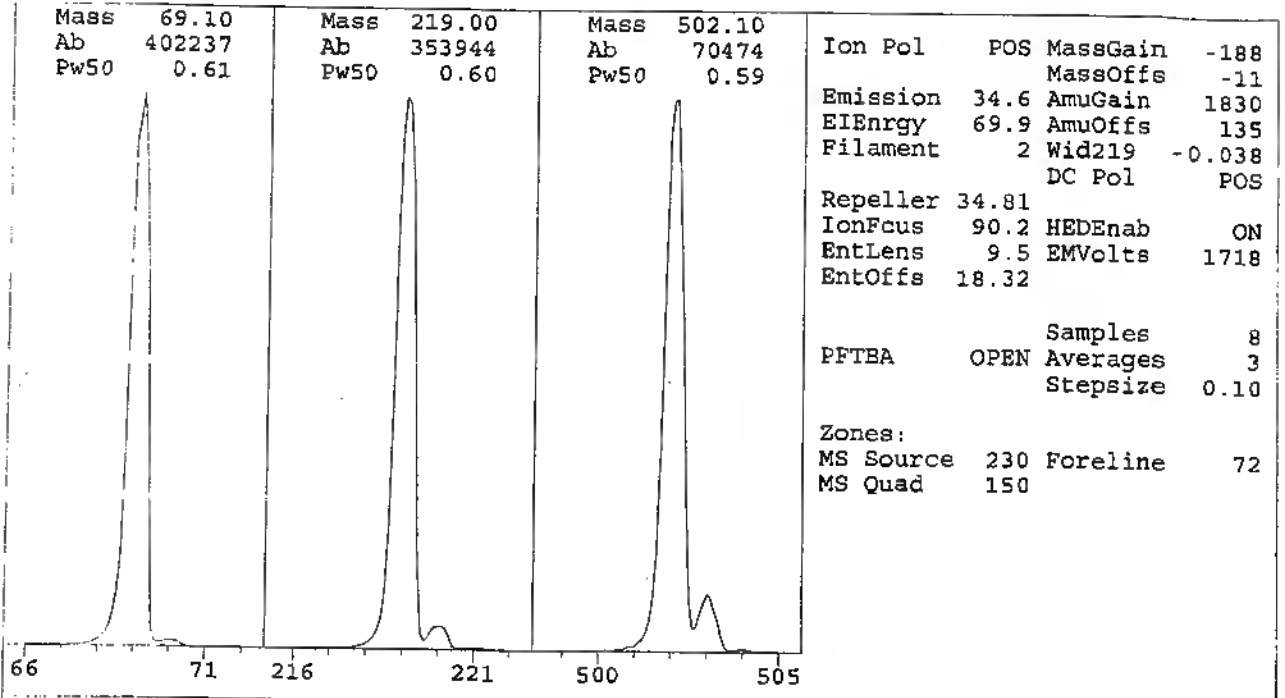
Code opérateur et paraphe : *St Golatola*

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

VERIFICATION DU RECAL ANABOLISANT

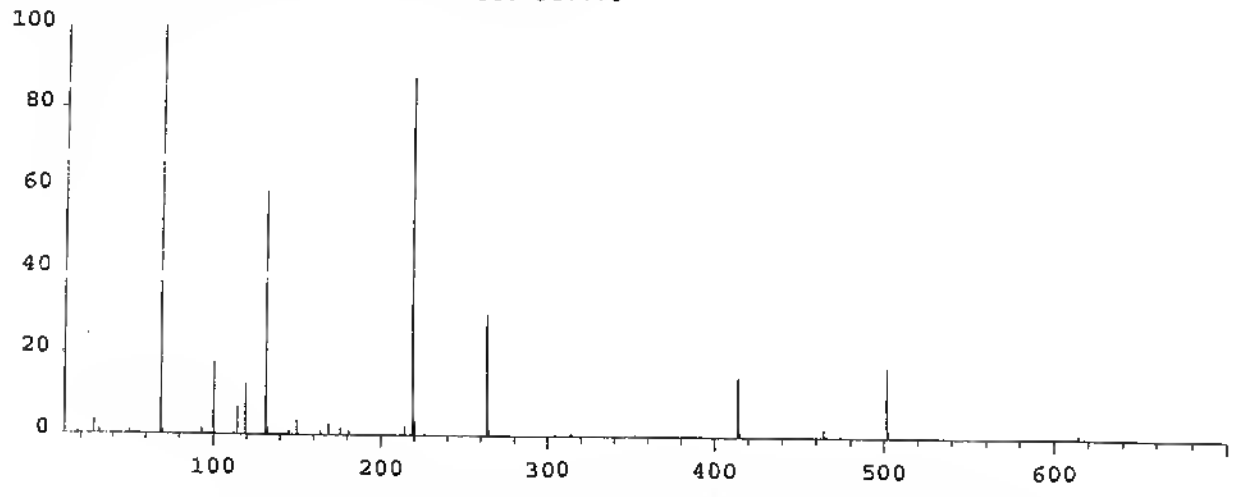


Date : 21/07/06  
 Opérateur : 31  
 Résultats :  
 Conforme   
 Non conforme   
 Remarques : Avec EA 96



Ion Pol POS MassGain -188  
 MassOffs -11  
 Emission 34.6 AmuGain 1830  
 EIEnrgy 69.9 AmuOffs 135  
 Filament 2 Wid219 -0.038  
 DC Pol POS  
 Repeller 34.81  
 IonFcus 90.2 HEDenab ON  
 EntLens 9.5 EMVolts 1718  
 EntOffs 18.32  
 PFTBA OPEN Samples 8  
 Averages 3  
 Stepsize 0.10  
 Zones:  
 MS Source 230 Foreline 72  
 MS Quad 150

Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10  
 137 peaks Base: 69.00 Abundance: 387776



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	387776	100.00	70.00	4355	1.12
219.00	341120	87.97	220.00	14592	4.28
502.00	67320	17.36	503.00	6523	9.69

Air/Water Check: H2O-0.95% N2-3.61% O2-1.00% CO2-0.18% N2/H2O-380.57%

Column Flow: Front: 1.324 Back: 0 ml/min. Interface Temp: 300

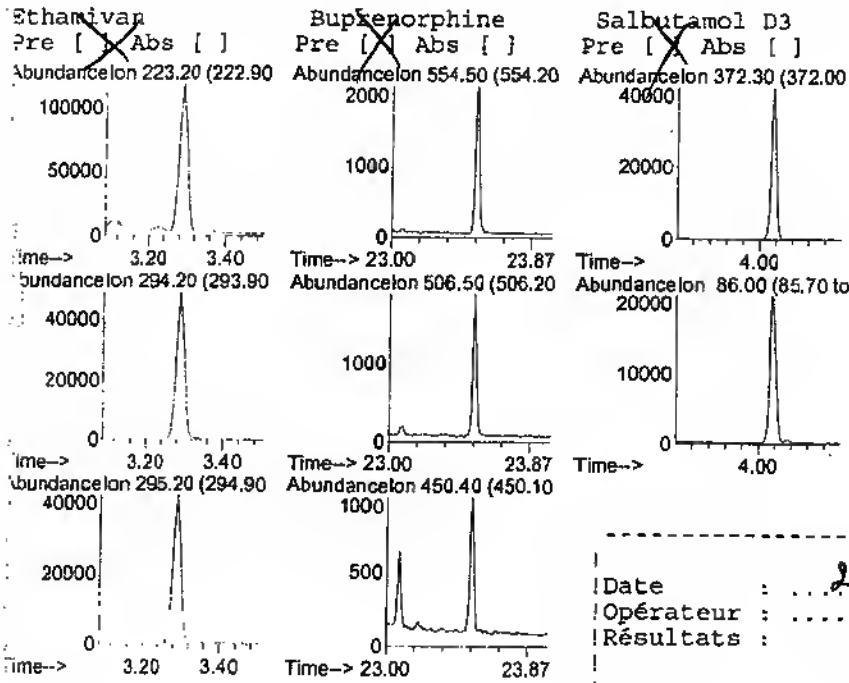
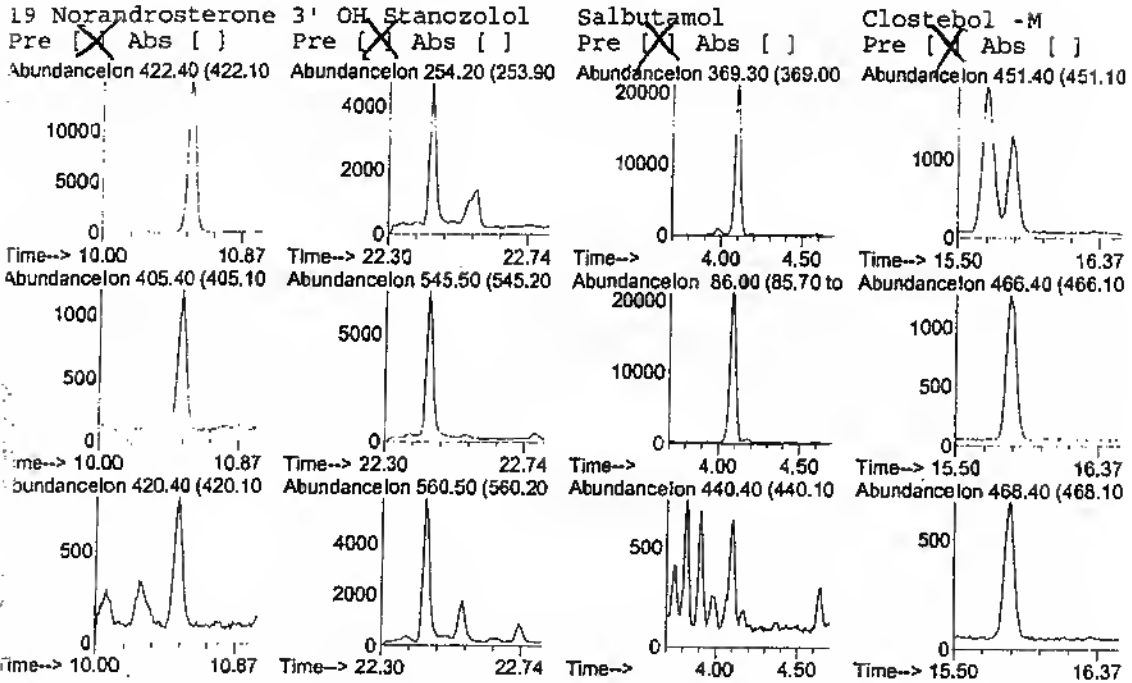
Ramp Criteria:  
 Ion Focus Maximum 90 volts using ion 502; EM Gain 80957  
 Repeller Maximum 35 volts using ion 219;

MassGain Values @Samples: -187@3 -179@2 -171@1 -157@0 -113@FS

TARGET MASS:	50	69	131	219	414	502	800
Amu Offset:	135.0	135.0	135.0	135.0	135.0	135.0	135.0
Entrance Lens Offset:	18.3	18.3	18.3	18.3	18.3	18.3	18.3

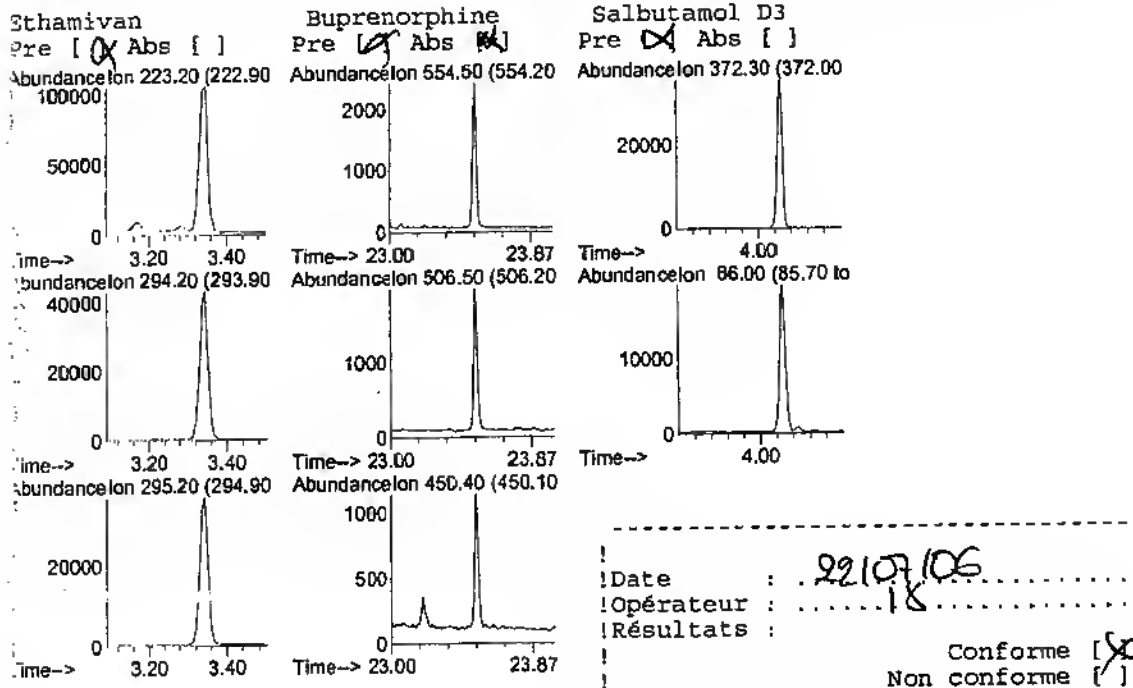
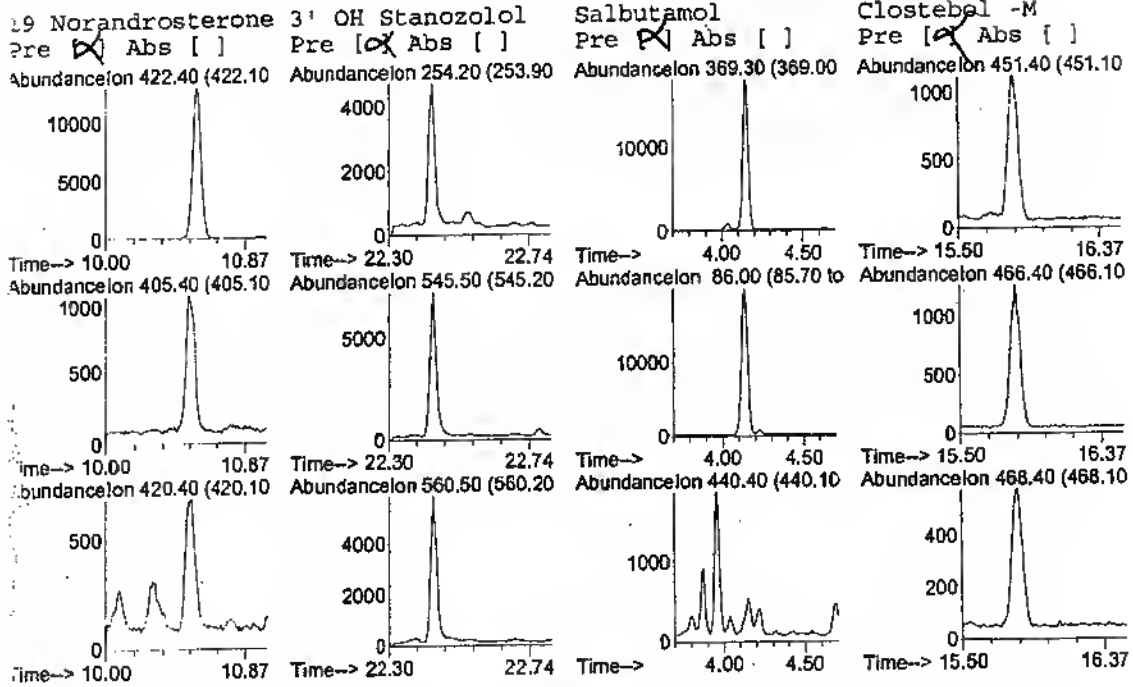


VERIFICATION DU CONTROLE QUALITE ANABOLISANT



Date : 21/7/06  
 Operateur : A. J. B.  
 Resultats :  
 Conforme   
 Non conforme   
 Remarques : O.K.E.

VERIFICATION DU CONTROLE QUALITE ANABOLISANT



Date : 22/07/06  
 Operateur : [Signature]  
 Resultats :  
 Conforme   
 Non conforme [ ]  
 Remarques : OK [Signature]

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FSR-01 Version : G Date : 22/03/2005
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT DEPISTAGE RAPIDE CG/SM, CG/TSD ET CL/SM		

Echantillon : 178/07 995474

Produit suspecté : *CB*  
Ep Testosterone

Tolérance interne sur le tr et le trr en intrajour : +/-1% (si trr < 0,6) ou +/-0,5% (si trr > 0,6)

Tolérances internes sur les abondances relatives en intrajour :

Plage d'abondance	Tolérance CG	Tolérance CL
> 50%	+/- 50% (en relatif)	+/- 15% (en absolu)
25 - 50%	+/- 50% (en relatif)	+/- 25% (en relatif)
< 25%	+/- 50% (en relatif)	+/- 10% (en absolu)

Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit.

Echantillon		Référence intrajour		Référence interjour		
Fichier : 21H08		21rel03				
			Tolérance basse	Tolérance haute	Tolérance basse	Tolérance haute
tr	14,300 min	14,220 min	14,149 min	14,291 min	min	min
tr S1	17,090 min	16,990 min				
trr	0,837	0,837	0,833	0,841		
M1	100,0 %	100,0 %				
M2						
M3						

Les tolérances sont calculées par rapport à la référence

Concordance des tr : Oui  Non

Concordance des trr : Oui  Non

Concordance globale des abondances relatives : Oui  Non

Paraphe et code opérateur : *18E*

Partie à remplir par le responsable

A confirmer : Oui  Non

Paraphe du responsable : *E*

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de la série ( si pas de confirmation) ou dans le dossier de confirmation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FSR-01 Version : G Date : 22/03/2005
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTAT DEPISTAGE RAPIDE CG/SM, CG/TSD ET CL/SM</b>		

Echantillon : 178/07 995474

Produit suspecté: Testosterone

Tolérance interne sur le tr et le trr en intrajour : +/-1% (si trr < 0,6) ou +/-0,5% (si trr > 0,6)

Tolérances internes sur les abondances relatives en intrajour :

Plage d'abondance	Tolérance CG	Tolérance CL
> 50%	+/- 50% (en relatif)	+/- 15% (en absolu)
25 - 50%	+/- 50% (en relatif)	+/- 25% (en relatif)
< 25%	+/- 50% (en relatif)	+/- 10% (en absolu)

Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit.

		Echantillon	Référence intrajour		Référence interjour	
Fichier :		21H08	21rcl03			
			Tolérance basse	Tolérance haute	Tolérance basse	Tolérance haute
tr		15,200 min	15,100 min	15,025 min	15,176 min	min min
tr SI		17,090 min	16,990 min			
trr		0,889	0,889	0,884	0,893	
M1		100,0 %	100,0 %			
M2						
M3						

Les tolérances sont calculées par rapport à la référence

Concordance des tr : Oui  Non

Concordance des trr : Oui  Non

Concordance globale des abondances relatives : Oui  Non

Paraphe et code opérateur : 18E

**Partie à remplir par le responsable**

A confirmer : Oui  Non

Paraphe du responsable : E

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de la série ( si pas de confirmation) ou dans le dossier de confirmation

**SECTION 2**  
**TECHNICAL PART**

**2.3 Second analysis for confirmation of T/E  
ratio**

SPECIMEN LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE ASSURANCE QUALITE  
LNDD

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Méthylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de l'Amphétamine et de la Méthylamphétamine	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA : Caféine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines	EC13B	I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA : Ephédrines	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Béta bloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Béta bloquants (*) par MBA	EC14A	I-CONF-14A	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Béta bloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Stupéfiants (*)	EC09A	I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09C	I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorpnone	EC09D	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25	M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Quali morphine	EC27A	I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Quanti morphine	EC27B	I-CONF-27B	M-EX-20	M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE	EC10A	I-CONF-10A	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE à bas seuil	EC10E	I-CONF-10E	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clenbuterol	EC18D	I-CONF-18D	M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Trappe (MS3)

## SPECIMEN LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

Epiméthendiol 17Epiméthandienone 6betaOHméthandienone Méthyltestostérone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)
Épioxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
Zéranol et Taleranol ( $\alpha$ et $\beta$ Zéaralanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)
Quanti 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Semi Quanti T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)
$\beta$ -Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI
Analyse C12/C13 des métabolites de la testostérone	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52 M-AN-41	GC/MS (SCAN) GC/C/IRMS
Terbutaline	EC18B	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Reproterol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol	EC18B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol en MS2	EC18E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)
Quanti Salbutamol >500ng/mL	EC18G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)
EPO	ES07	I-CONF-07	M-EX-28 / 28B	M-AN-43	Immuno-détection
HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques : LH - $\beta$ -hCG	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	- Immunofluorescence quantitative - Immunochromatographie qualitative
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN)
Diurétiques *	EC28A	I-CONF-28A	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Diurétiques *	EC28B	I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ESI
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 3/3
SPECIMEN LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE		

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45 *	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

\* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

CONFIDENTIEL

EVOLUTIONS		
Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
B	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confirmation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et bêta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéarantalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Methylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006



LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B
		Version : E Date : 01/12/2005 1 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés.

Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether	Hydrolyse	Extraction - évaporation - dérivation
	<i>étapes en gris clair</i>	<i>étapes en trait épais</i>	<i>étapes en trait normal</i>
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

Prise d'essai = 2 mL

Ajouter 50µL de SI

Matériel

Tube à vis (13\*100)  
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Dispensette  
Rolling

Centrifugeuse 4000tr/min

Pipette Pasteur  
Poire de prélèvement

Bain à sec

Becher

Tube échantillon Gilson (12.5\*100)  
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Pipette à poussée positive  
Cône eppendorf

Réactifs et produits

Diethylether (S06)

APPLICABLE le

01 DEC. 2005

CONFIDENTIEL

Azote

SPECIMEN

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

17αMéthyltestosterone  
(SI3-) à 4mg/L

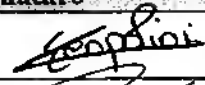


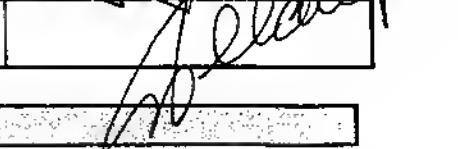
<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : <b>M-EX-04B</b> Version : <b>E</b> Date : 01/12/2005 2 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

Ajouter la (ou les ) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	
Ajuster à pH =7	Papier pH 0-14 Vortex	Flacon compte gouttes K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> et CH <sub>3</sub> COOH
Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5	Pipette Biohit 1-5mL, cône	Tampon pH=6.5 à +4°C (cf M-P-05)
Agiter	Vortex	
Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser	Compte gouttes	betaglucuronidase à +4°C ( b-glu)
Boucher et agiter 1 sec	Vortex	
Hydrolyser 60 min à 55°C	Etuve	
Centrifuger 5 min	Centrifugeuse 4000tr/min	
Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)	Gilson Cartouche SPE C18 Tube recueil Gilson (12.5* 100)	
Transvaser les éluats	Tube à vis (13*100)	
Evaporer environ 30 min	Bain à sec à 60°C, soufflettes	Azote
Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H	Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL	Réactif H2 (cf M-P-03B)
Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A	Vial plastique	

**CONFIDENTIEL**

**SPECIMEN**

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 3 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	01/12/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
B	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote echantillon ...	01/12/2005

**CONFIDENTIEL**

**SPECIMEN**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX-11 Version : A Date : 14/02/2005 1 / 2
<b>EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO</b>		

*Documents cités : I-M-01, I-N-35*

Matériel utilisé : **ASPEC XL4**  
 Méthode : **Anabo**  
 Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : **environ 23 min**  
 Type de cartouches utilisées : **Bond Elut C18 200 mg 3 mL**

**1. Disposition des solvants**

- Réservoirs : Eau ultrapure  
 Voie A : Méthanol  
 Voie B : Hexane  
 Voie C : Tert-butyl méthyl <sup>Ether</sup> oxyde (TBME) <sub>14 14/02/05</sub>  
 Voie D : Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v)

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

**2. Préparation des solvants**

- Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) :**
- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.
  - Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.
  - Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.
  - Boucher et agiter manuellement.
  - Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

**3. Lancement de la séquence d'analyse**

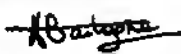

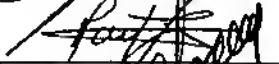

Effectuer les primes et les purges selon I-M-01.  
 Lancer l'extraction selon I-N-35.

SPECIMEN CONFIDENTIEL

**4. Résumé de la méthode d'extraction**

Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 mL	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	8
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage	Azote	3 min	
Rinçage cartouche	Hexane	3 mL	6
Séchage	Azote	2 min	
Elution	TBME	4 mL	4

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX-11 Version : A Date : 14/02/2005 2 / 2
<b>EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Agnès BARLAGNE	11/02/2005	
vérifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	14/02/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

**CONFIDENTIEL**

**SPECIMEN**

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03A
		Version : M
		Date : 13/09/2005
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES POUR LA CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC		

Echantillon : 198167 995624 Mode opératoire d'extraction : NEV04B

Date	Appareil	Température en °C	Valeur affichée	Paraphe
220706	pHmet n° 4	22,2	5,22	RE E
220706	Refract n° 2		1,025	RE E

Date de mise à l'ambient de l'échantillon : 230706 Heure de mise à l'ambient : 11h30

Prise d'essai PE : 2 mL Heure de la PE : 15h00 Paraphe : RE

Echantillon	Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)	Vol eau ajouté (en mL)
			1/1	/	/
Blanc	31	1,024	1/1	/	/

Substance (TP, REF, SI...)	Code sol ref	Conc sol ref	Volume prélevé en µL						Conc ref dans PE en ng/mL									
			1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6				
SI: Nethyltesto	ST3066	6ng/µe		50									100					
Epitestosterone	H7082	4ng/µe	4										2					
"	H7082	4ng/µe		10									5					
"	H7083	6ng/µe			6									30				
"	H7082	12ng/µe				12									60			
Testosterone	H10084	4ng/µe	4										2					
"	H10084	6ng/µe		6										30				
"	H10085	3,6ng/µe			3,6										180			
"	H10084	7,2ng/µe				7,2										360		

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	230706	15h00	15h20	Ether, Réflong	RE
Evaporation	230706	15h30	15h55	Bain à sec n°: Affroid	RE
Incubation				T (°C):	
Mise à pH	230706	16h05		Code tampon : T190706-07	RE
Hydrolyse	230706	16h15	17h15	Dlu enzyme : 220306 Etuve n° : 5	RE
Extraction	230706	17h25	240706 8h10	Dlu NH4OH : Pb Gilson → aiguille RT n° : toxue → ecu TP d'ESP Gilson n° : non pelvées → PE extract = 6 240706	RE
Stockage				Lieu :	8h15-8h14
Evaporation	240706	9h55	10h25	Bain à sec n° : 02	RE
Dérivation	240706	10h30	10h54	Dérivation 1 Bain à sec n° : 03 Micro-onde Code ou dlu du réactif 1 : 020806 Dérivation 2 Bain à sec n° : Dlu réactif 2 :	RE
Evaporation				Bain à sec n° :	
Reprise					
Stockage				Lieu :	

dlu : date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

TOPLEVEL PARAMETERS

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

- (X) Save Copy of Method With Data
- ( ) Pre-Run Cmd/Macro =
- (X) Data Acquisition
- (X) Data Analysis
- ( ) Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

Sample Inlet: GC  
Injection Source: GC ALS  
Mass Spectrometer: Enabled

6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp: 160 'C (On)

Maximum temp: 325 'C

Initial time: 0.00 min

Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	4.00	255	0.00
2	30.00	300	2.75
3	0.0(Off)		

Post temp: 0 'C

Post time: 0.00 min

Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

BACK INLET ( )

Mode: Split

Initial temp: 280 'C (On)

Pressure: 175.0 kPa (On)

Split ratio: 12.1:1

Split flow: 11.7 mL/min

Total flow: 15.2 mL/min

Gas saver: Off

Gas type: Helium

COLUMN 1

COLUMN 2

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 17:17:53 2006

Page:1

USADA 0080

71

Capillary Column  
Model Number: Agilent 19091Z-002  
HP-1, 0.2mm \* 25m \* 0.11um  
Max temperature: 350 'C  
Nominal length: 25.0 m  
Nominal diameter: 200.00 um  
Nominal film thickness: 0.11 um  
Mode: constant pressure  
Pressure: 175.0 kPa  
Nominal initial flow: 1.0 mL/min  
Average velocity: 41 cm/sec  
Inlet: Front Inlet  
Outlet: MSD  
Outlet pressure: vacuum

(not installed)

FRONT DETECTOR (NO DET)

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz  
Type: test plot  
Save Data: Off  
Zero: 0.0 (Off)  
Range: 0  
Fast Peaks: Off  
Attenuation: 0

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz  
Type: test plot  
Save Data: Off  
Zero: 0.0 (Off)  
Range: 0  
Fast Peaks: Off  
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

(No Detectors Installed)

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater  
Description: Interface  
Initial temp: 280 'C (On)  
Initial time: 0.00 min  
# Rate Final temp Final time  
1 0.0(Off)

POST RUN

Post Time: 0.00 min

TIME TABLE

Time	Specifier	Parameter & Setpoint
------	-----------	----------------------

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes	0
Sample Pumps	0
Injection Volume	2.0 microliters
Syringe Size	10.0 microliters
PostInj Solvent A Washes	3
PostInj Solvent B Washes	3
Viscosity Delay	0 seconds
Plunger Speed	Fast
PreInjection Dwell	0.00 minutes
PostInjection Dwell	0.00 minutes

Back Injector:

No parameters specified

MS ACQUISITION PARAMETERS



General Information  
-----

Tune File : atune.u  
Acquisition Mode : SIM

MS Information  
-----

Solvent Delay : 2.50 min

EM Absolute : False  
EM Offset : 400  
Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1

Group ID : 1  
Resolution : Low  
Plot 1 Ion : 301.3  
Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
( 209.3, 50) ( 301.3, 50) ( 327.3, 50)  
( 341.3, 50) ( 417.3, 50) ( 431.3, 50)  
( 432.4, 50) ( 446.4, 50) ( 522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C  
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS  
-----

DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings  
-----

Sort By: Signal

Output Destination  
Screen: No  
Printer: Yes

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 17:17:53 2006

Page:3

USADA 0082

75

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Quantitative Report Settings  
-----

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantification T/E (3 points)

Calibration Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006

Reference Window: 2.00 Minutes

Non-Reference Window: 1.00 Minutes

Correlation Window: 0.10 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information  
-----

-----  
-  
1) 17méthyltestostérone (ISTD TR)  
Ret. Time 20.94 min., Extract & Integrate from 20.44 to 21.44 min.

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	100.000	5915926
2	100.000	4981326
3	100.000	5130998

ISTD conc: 100.000 ng/ml  
Curve Fit: Linear  
-----

-----  
-  
2) epitestosterone ( )  
Ret. Time 18.52 min., Extract & Integrate from 18.02 to 19.02 min.

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	5.000	234336
2	30.000	1211449
3	60.000	2929592

Curve Fit: Linear, forced through origin  
-----

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\2407.S

Comment:

Operator: 28

Data Path: D:\Msd20\juil06\2407\

Pre-Seq Cmd:

Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run      On A Barcode Mismatch  
(X) Full Method              (X) Inject Anyway  
( ) Reprocessing Only        ( ) Don't Inject

Line	Type	Vial	DataFile	Method	Sample Name
1	Sample	1	R0	MAN27	itms
2	Sample	2	TP1TE	MAN27	tp te2
3	Sample	1	R1	MAN27	itms
4	Sample	3	BLU1TE	MAN27	blu te
5	Sample	4	17807474	MAN27	178/07 995474 te
6	Sample	1	R2	MAN27	itms
7	Sample	5	BLUR1TE	MAN27	blute
8	Sample	6	REF1TE	MAN27	blu t30 e5
9	Sample	7	REF2TE	MAN27	blu t180 e30
10	Sample	8	REF3TE	MAN27	blu t360 e60
11	Sample	9	CQ1TE	MAN27	cq te 001
12					

Séquence vérifiée par : ..... 28 .....

Remarques : .....

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search	Minimum Quality
DEMO.L	0

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes  
Printer: No  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantification T/E (3 points)  
Calibration Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006

Reference Window: 2.00 Minutes  
Non-Reference Window: 1.00 Minutes  
Correlation Window: 0.10 minutes  
Default Multiplier: 1.00  
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

-----  
1) 17méthyltestostérone (ISTD TR)

Ret. Time 20.94 min., Extract & Integrate from 20.44 to 21.44 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 301.30 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	100.000	5915926
2	100.000	4981326
3	100.000	5130998

Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/ml  
Curve Fit: Linear

-----  
2) epitestosterone ( )

Ret. Time 18.52 min., Extract & Integrate from 18.02 to 19.02 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	5.000	234336
2	30.000	1211449
3	60.000	2929592

Qualifier Peak Analysis ON  
Curve Fit: Linear, forced through origin

-----  
3) testosterone ( )

Ret. Time 19.32 min., Extract & Integrate from 18.82 to 19.82 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 432.40 man27.e

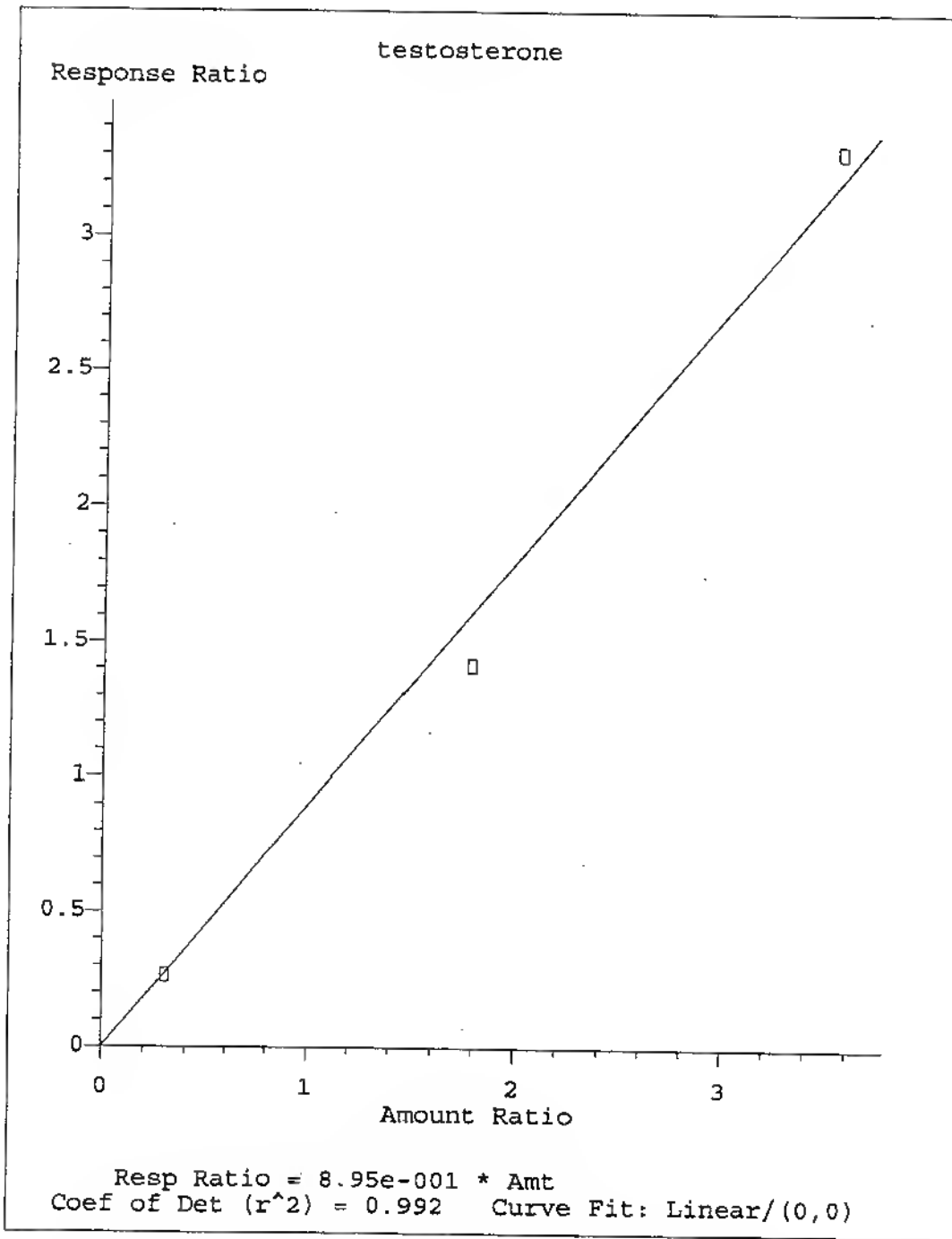
Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	30.000	1557516
2	180.000	7052377
3	360.000	17023691

Qualifier Peak Analysis ON

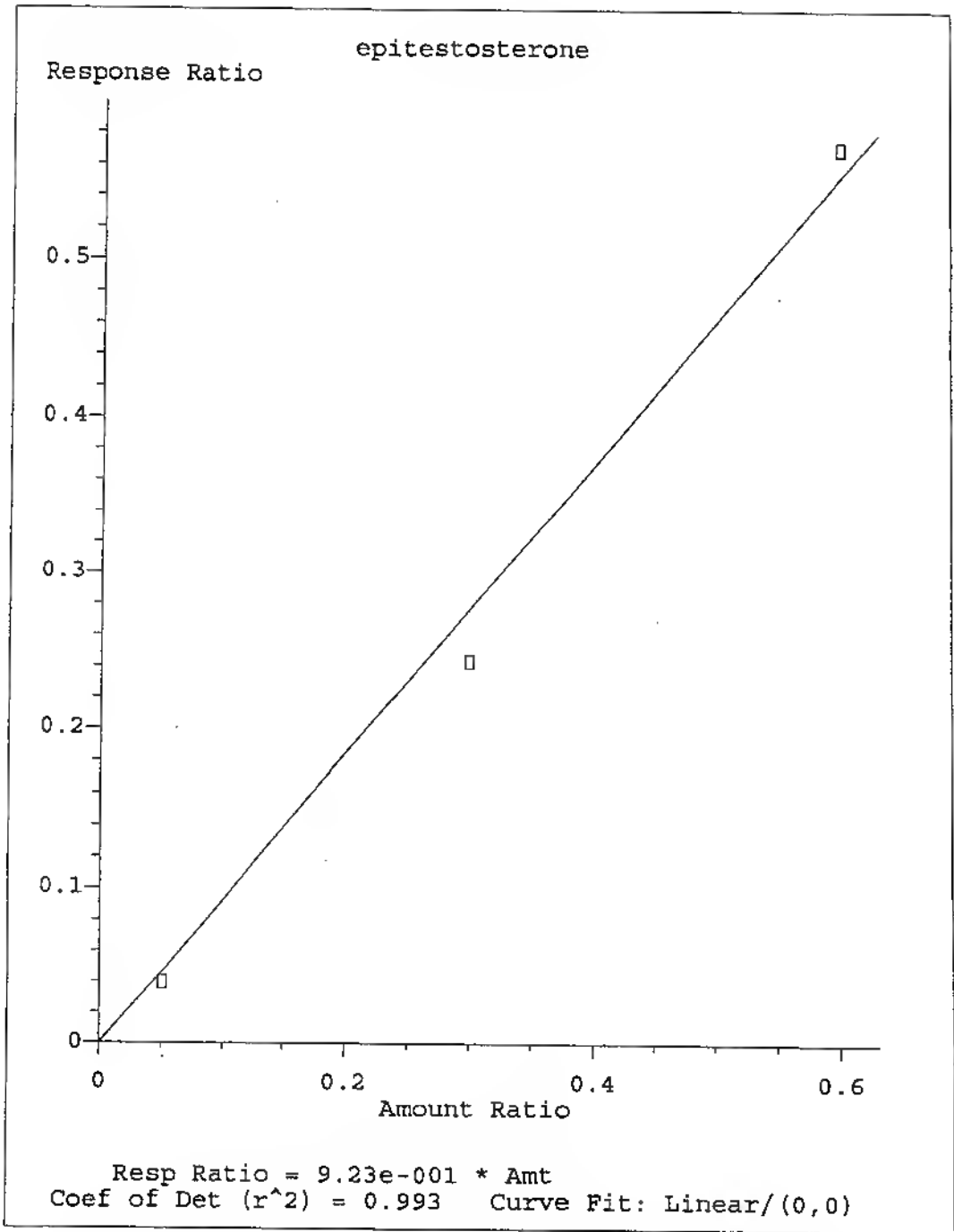
END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

---

Mon Jul 24 17:15:54 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M  
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006

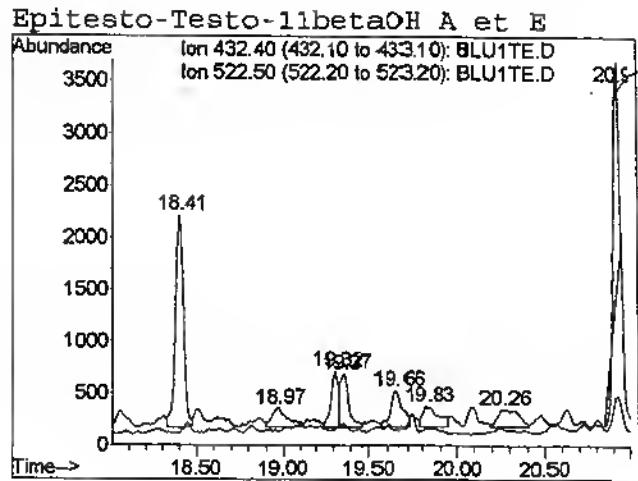
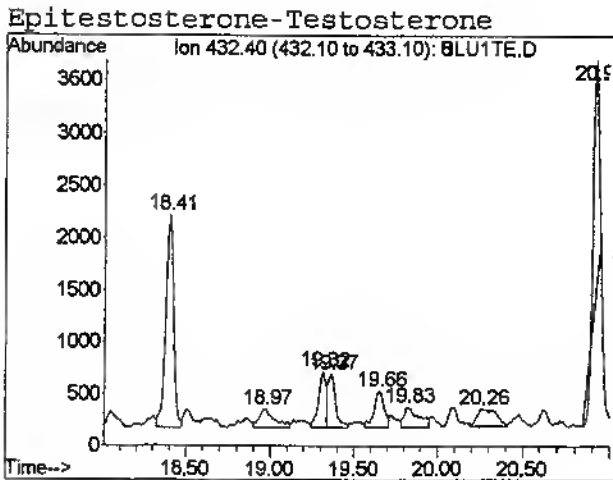
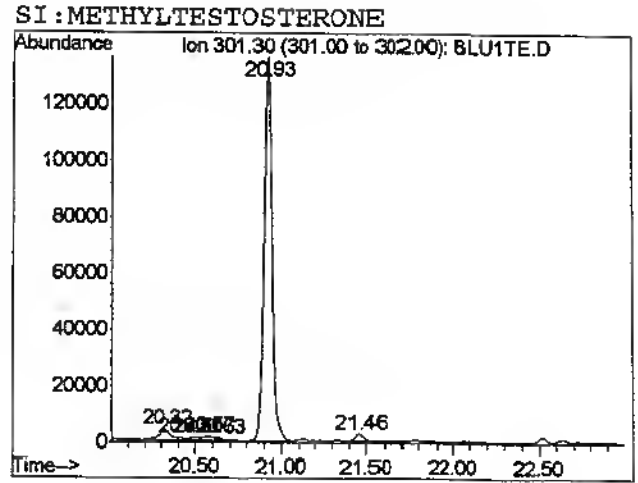
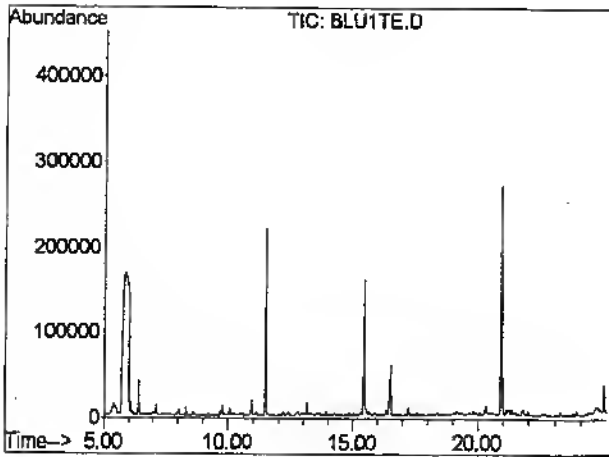


Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M  
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006



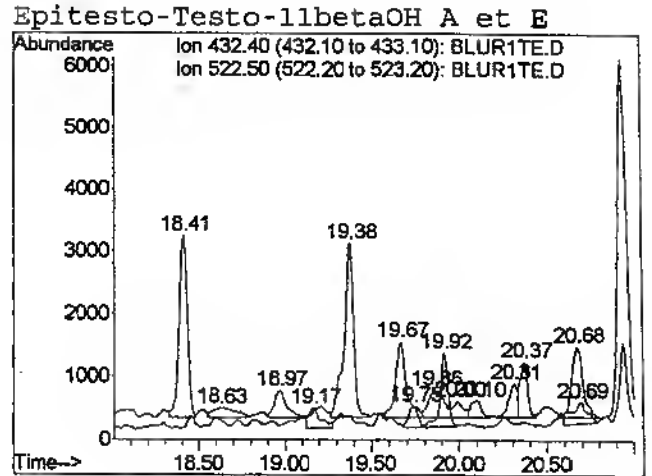
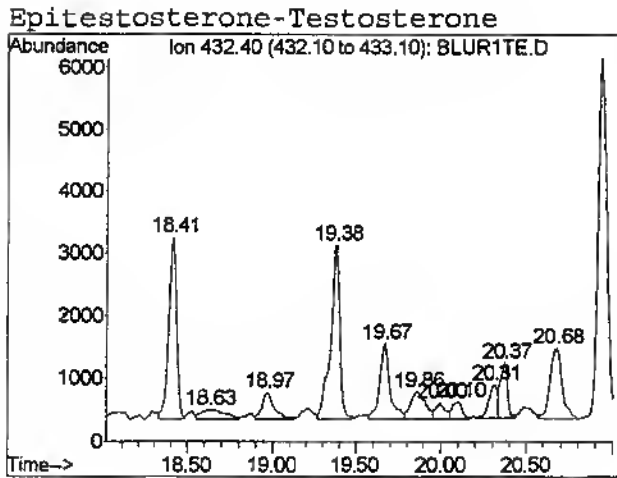
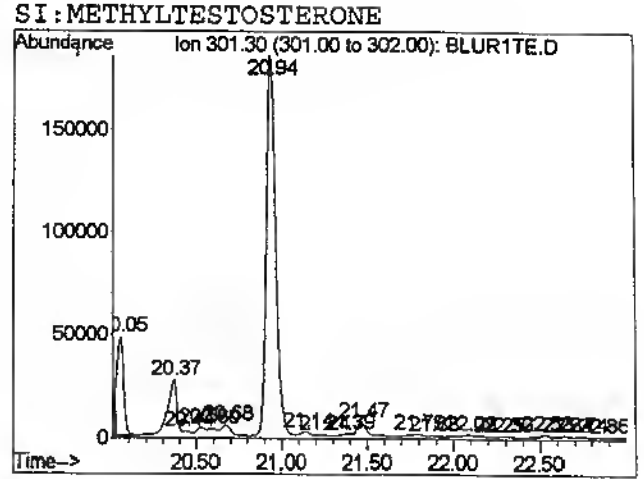
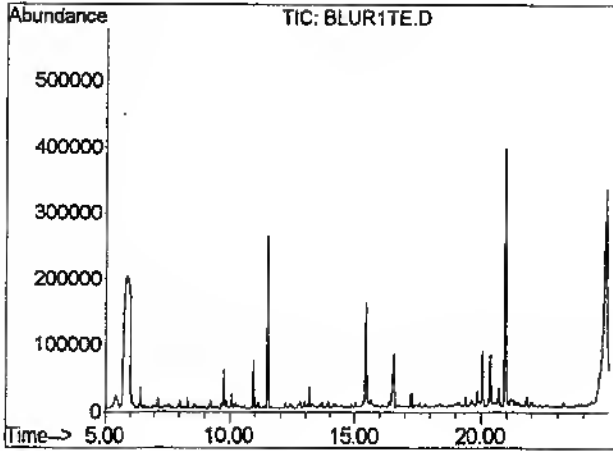
File: D:\Msd20\juil06\2407\BLU1TE.D  
Operator: 28  
Date Acquired: 24 Jul 2006 12:57  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu te  
Misc Info:  
Vial Number : 3

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



File: D:\msd20\juil06\2407\BLUR1TE.D  
Operator: 28  
Date Acquired: 24 Jul 2006 14:30  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blute  
Misc Info:  
Vial Number : 5

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\JUL06\2407\  
Data File Name 17807474.D  
Operator 28  
Date Acquired 7/24/2006 13:28  
Acq. Method File MAN27  
Sample Name 178/07 995474 1e  
Vial Number 4  
Calibration Title Quantification T/E (3 points)  
Last Calibration Update Mon Jul 24 17:15:46 2006

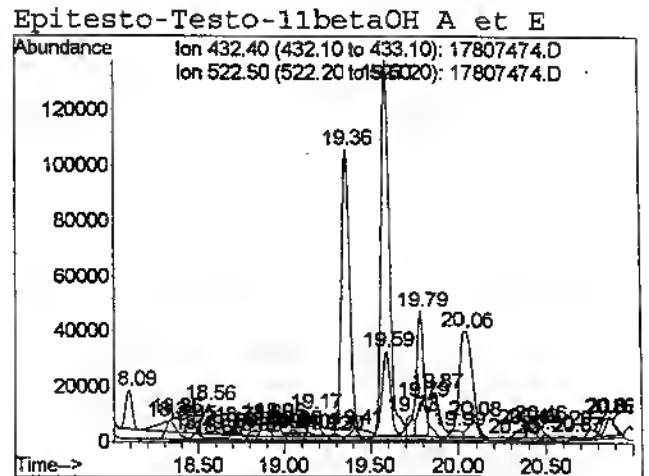
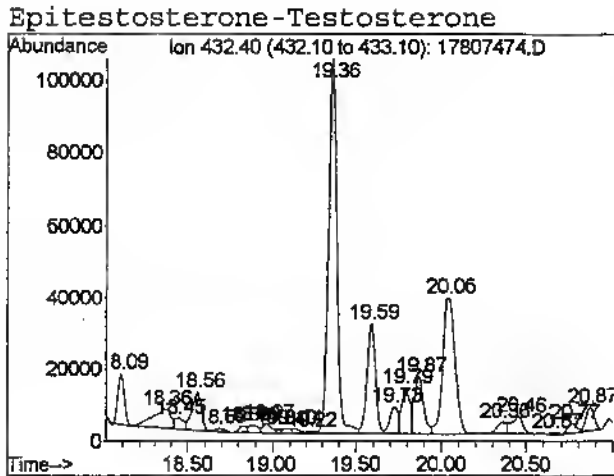
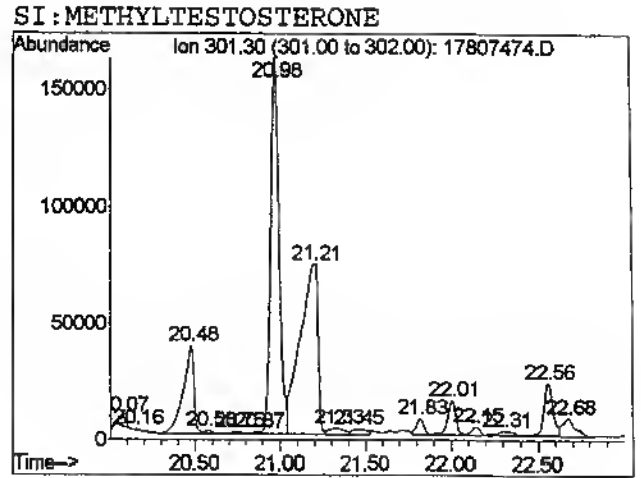
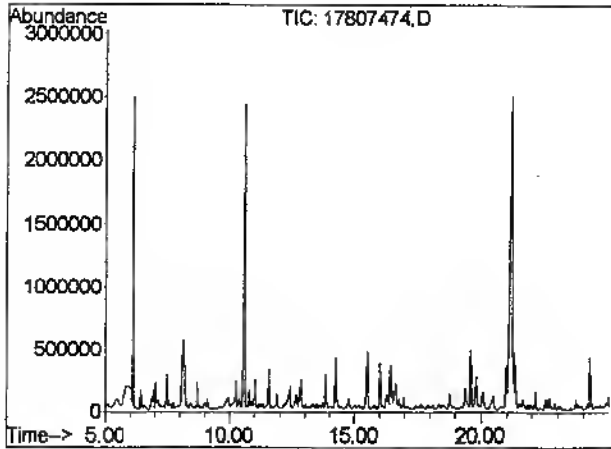
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.98	301.3	17méthyltestostérone	6399496	100.00	ng/ml
2)		18.56	432.4	epitestosterone	307234	5.20	ng/ml
3)		19.36	432.4	testosterone	3513238	81.37	ng/ml

## Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.4	11.8

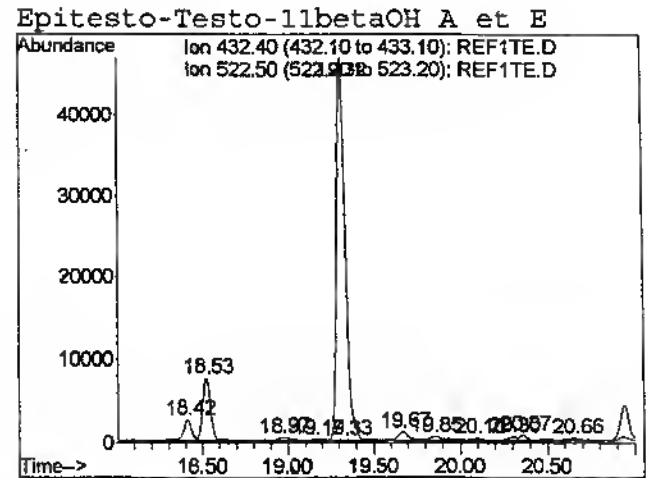
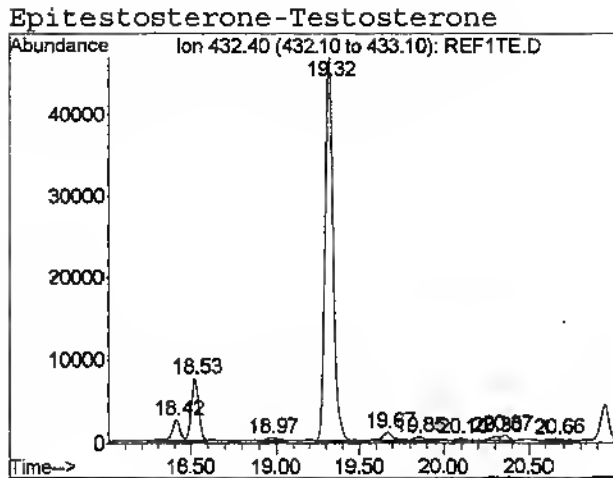
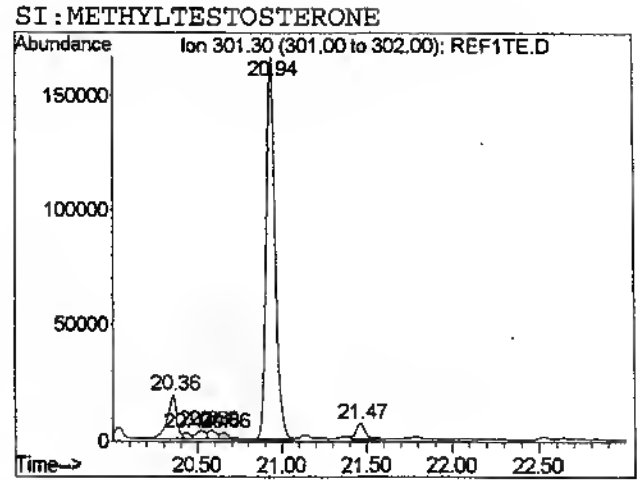
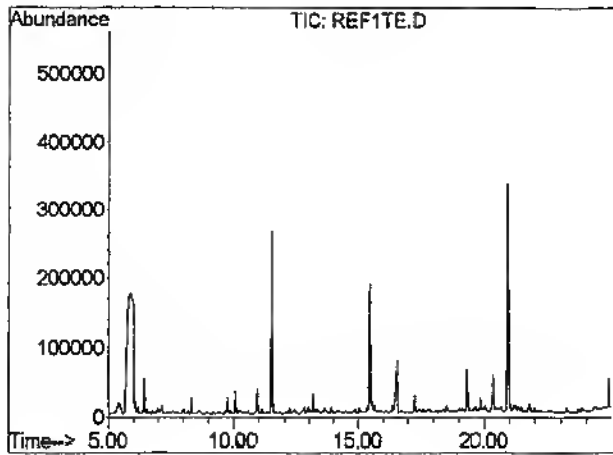
File: D:\Msd20\juil06\2407\17807474.D  
 Operator: 28  
 Date Acquired: 24 Jul 2006 13:28  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: 178/07 995474 te  
 Misc Info:  
 Vial Number : 4

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



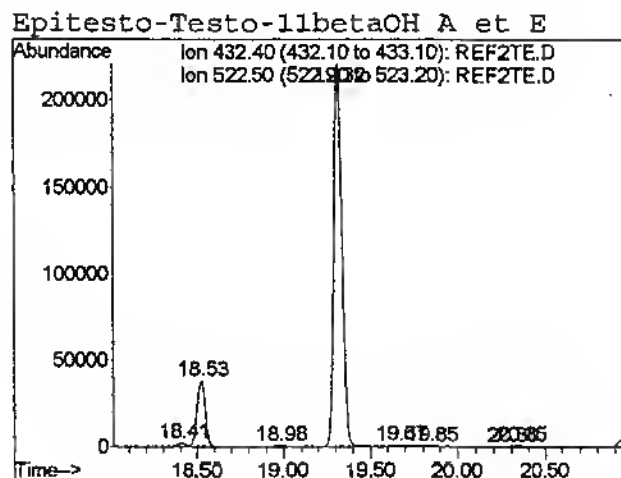
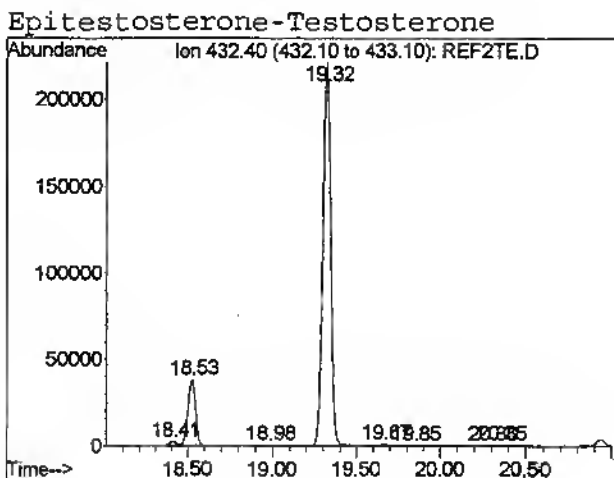
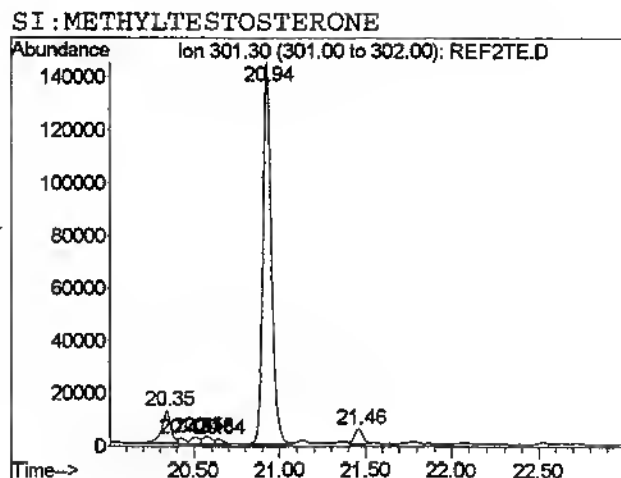
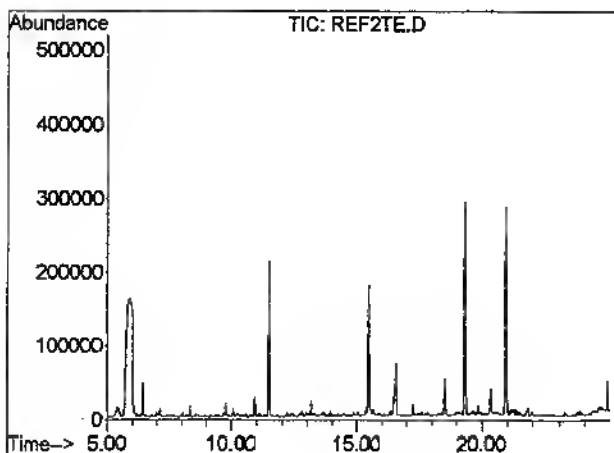
File: D:\msd20\juil06\2407\REF1TE.D  
Operator: 28  
Date Acquired: 24 Jul 2006 15:01  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t30 e5  
Misc Info:  
Vial Number : 6

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



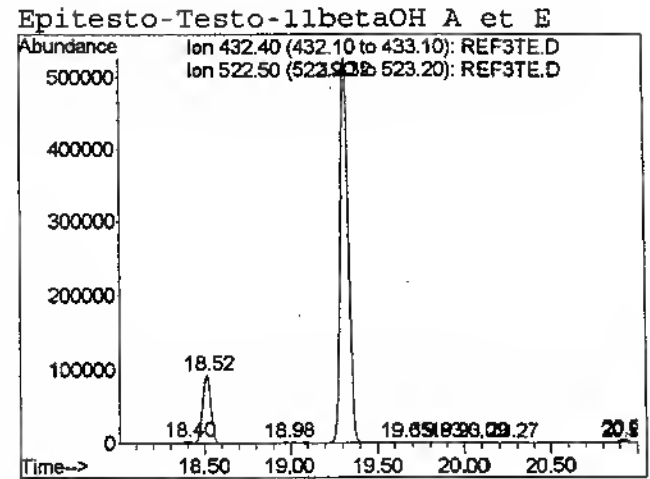
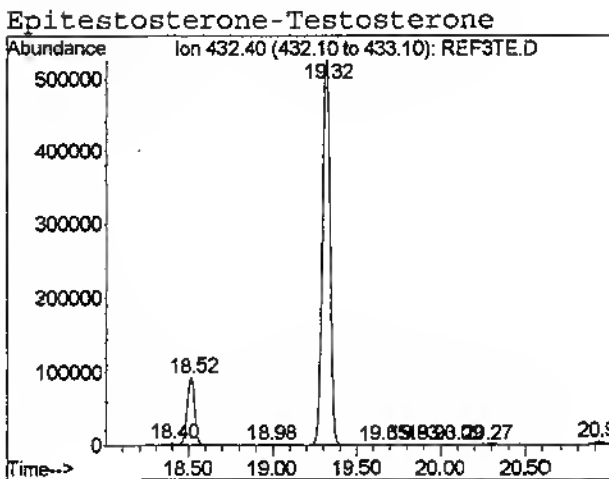
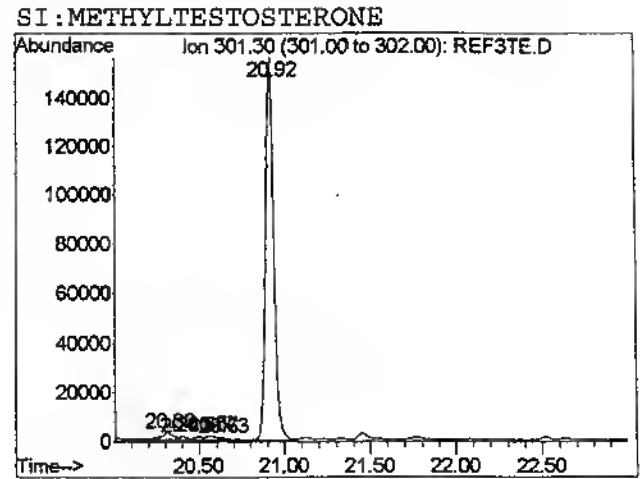
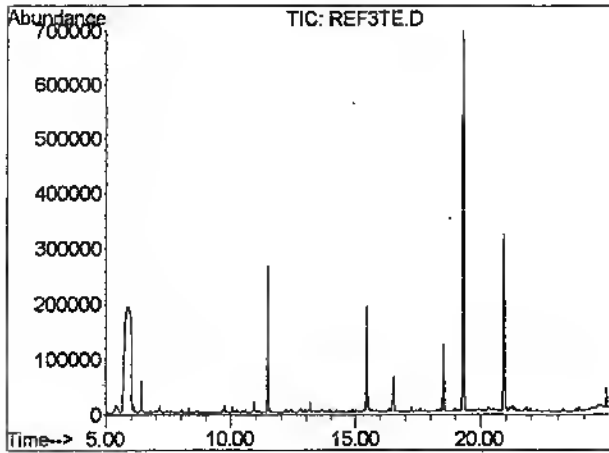
File: D:\Msd20\juil06\2407\REF2TE.D  
Operator: 28  
Date Acquired: 24 Jul 2006 15:32  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t180 e30  
Misc Info:  
Vial Number : 7

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



File: D:\Msd20\juil06\2407\REF3TE.D  
Operator: 28  
Date Acquired: 24 Jul 2006 16:02  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t360 e60  
Misc Info:  
Vial Number : 8

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM</b> (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : **MSD20**

Date : **26/04/06**

**1 - Source d'ionisation**

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire  
Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%  
Repeller < 35  
Polaris Ion time > 2 ms

Oui Non

<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

**2 - Etanchéité du système**

MSD / 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),  
44/69 (CO2) < 10%  
Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui Non

<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

**3 - Sensibilité**

Screening Recal / Mix conforme  
Conf TP conforme - Fichier : **TP 4TE**  
TP conforme - Fichier :  
TP conforme - Fichier :  
TP conforme - Fichier :  
TP conforme - Fichier :

Oui Non

<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

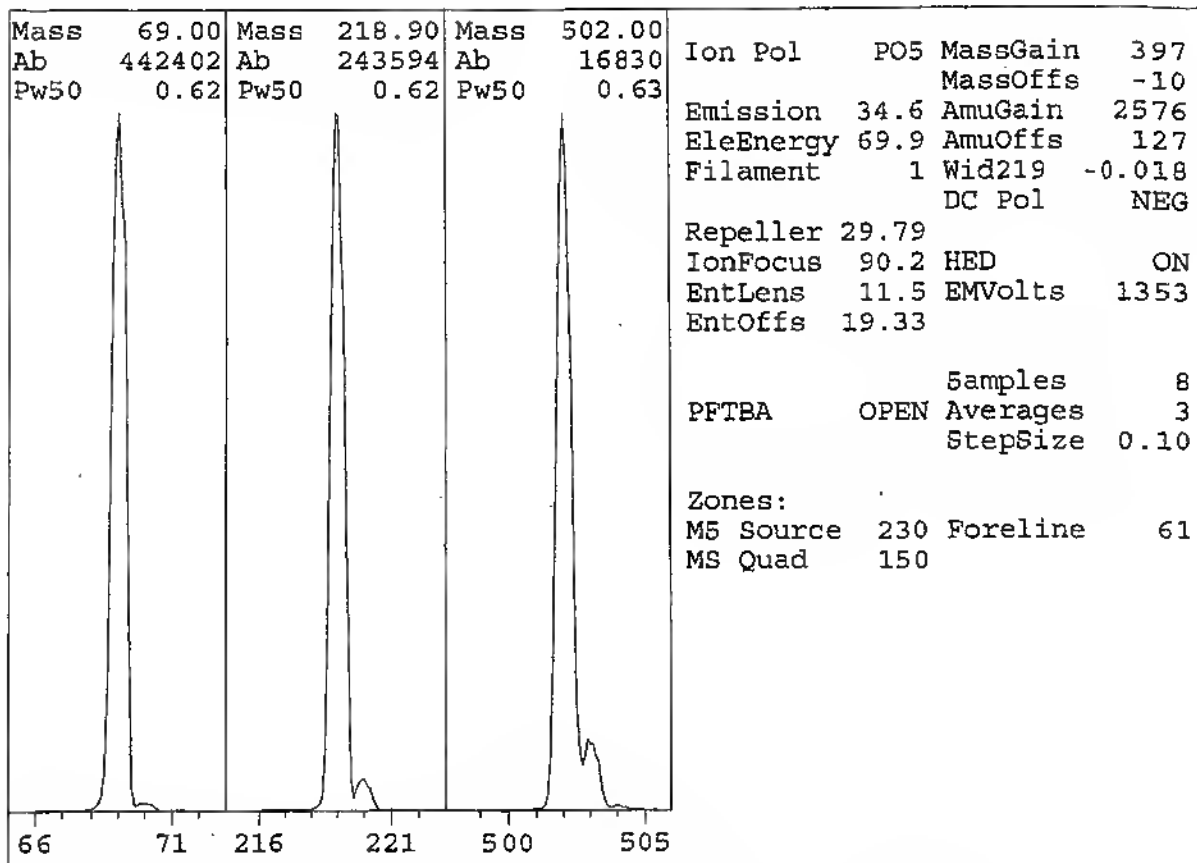
Code opérateur et paraphe : **Brre E**

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil*

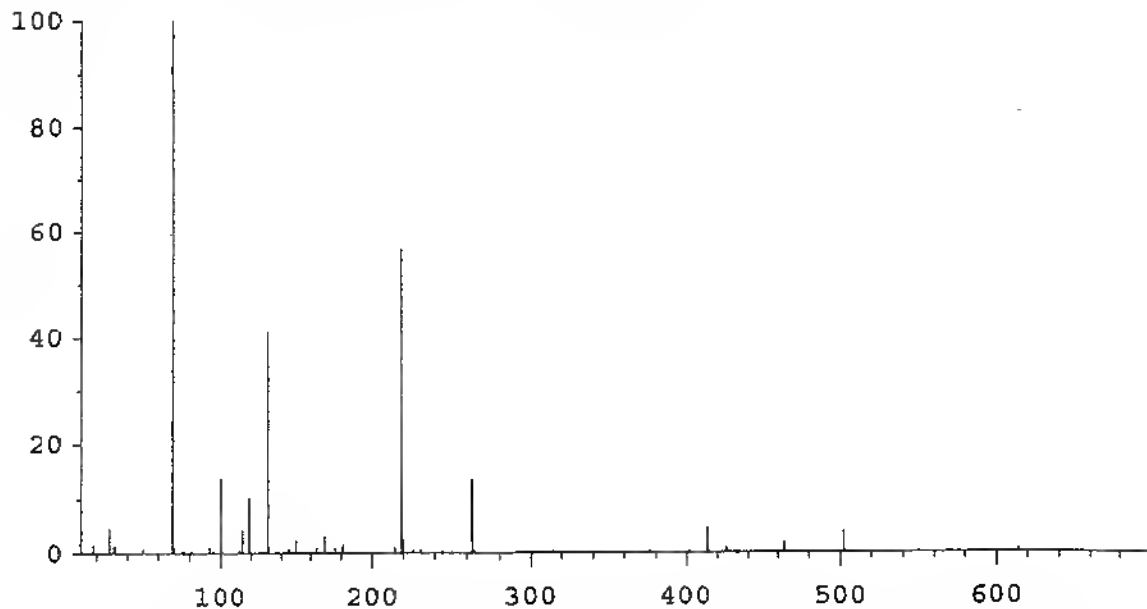


Instrument: MSD 20  
 Mon Jul 24 11:14:38 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U



Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10  
 127 peaks Base: 69.00 Abundance: 397824



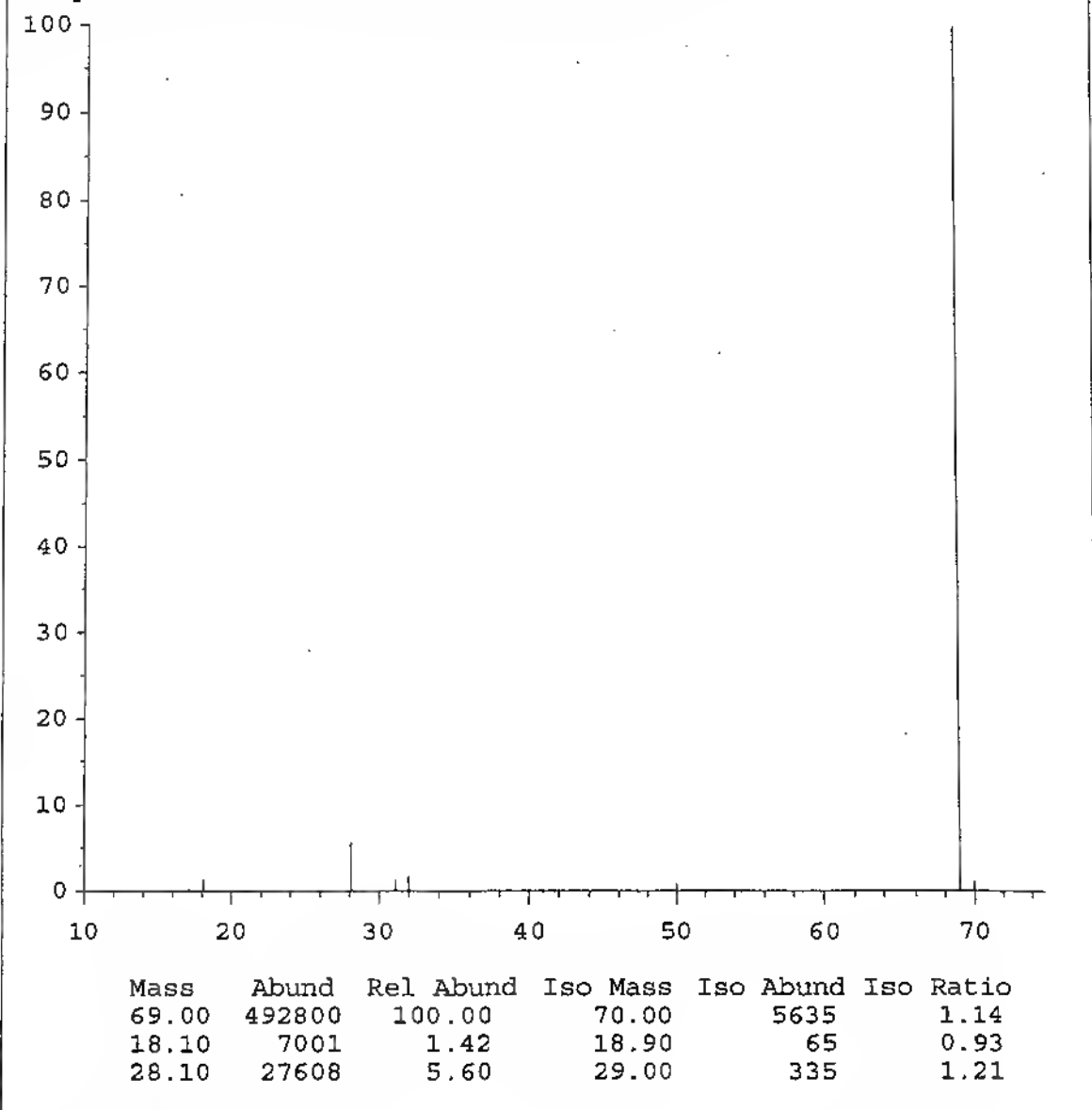
Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	397824	100.00	70.00	4362	1.10
219.00	225088	56.58	220.00	9995	4.44
502.00	15492	3.89	503.00	1554	10.03

Instrument: MSD 20

Mon Jul 24 11:16:34 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
65 peaks Base: 69.00 Abundance: 492800



Current Params used:

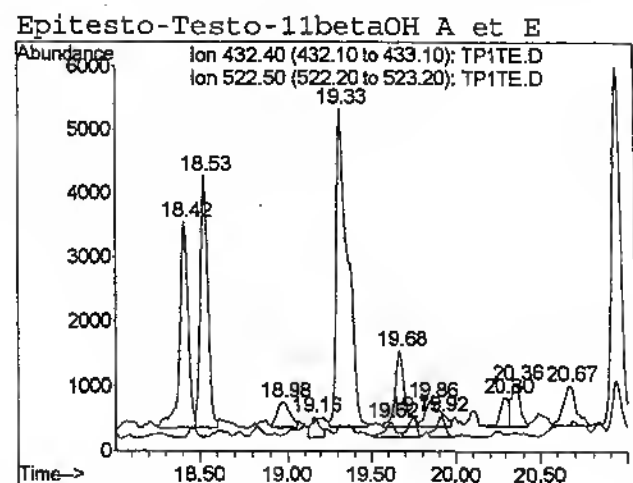
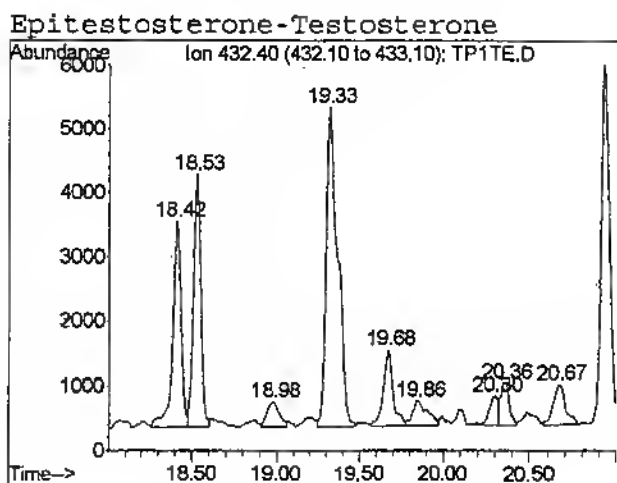
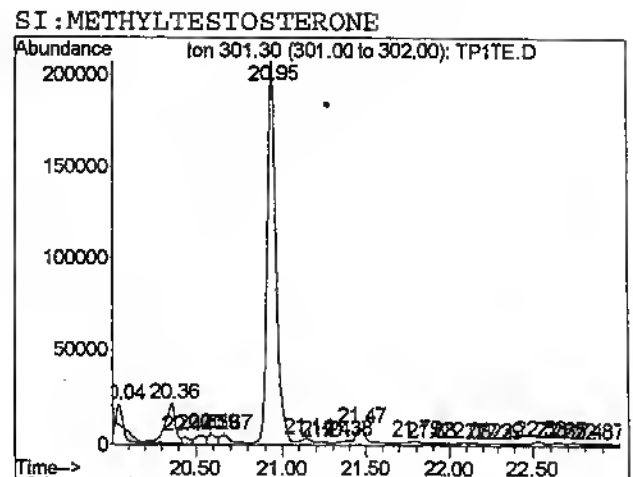
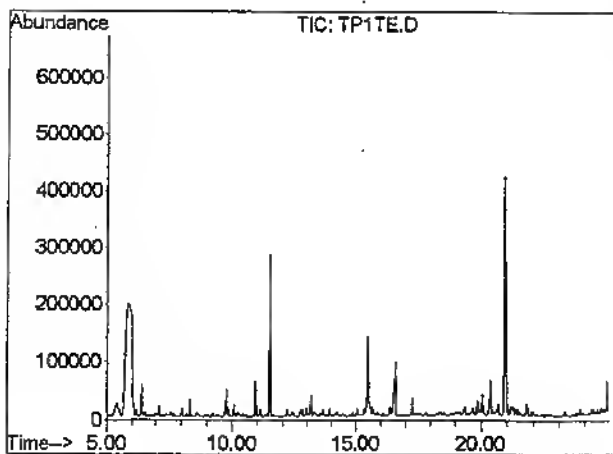
Rep = 29.8 Entl = 19.33 Entr = 12 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

18/69 = 1.42	Water%
28/69 = 5.60	Nitrogen%
32/69 = 1.69	Oxygen%
44/69 = 0.13	Carbon Dioxide%
28/18 = 394.34	Nitrogen/Water%

File: D:\Msd20\juil06\2407\TP1TE.D  
 Operator: 28  
 Date Acquired: 24 Jul 2006 11:55  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: tp te2  
 Misc Info:  
 Vial Number : 2

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



92

LNDD	ENREGISTREMENT		Code :	E-FCR-04B
			Version :	E
			Date :	29/05/2006
			Page :	1/1
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT - CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE T/E				

Paraphe : *nc*

Echantillon : 178/07 995474 Dilution : 1 / 1

Ion de quantification Testo et Epitesto : 432 Ion de quantification SI : 301

Concentration de la référence 1 : Testosterone: 30 Epitestosterone : 5 T/E théorique : 6

Concentration de la référence 2 : Testosterone: 180 Epitestosterone : 30 T/E théorique : 6

Concentration de la référence 3 : Testosterone: 360 Epitestosterone : 60 T/E théorique : 6

Fichier	Surface du SI	Surface Testosterone	Surface Epitestosterone
REF1 REF1TE	5915926	1557516	234336
REF2 REF2TE	4981326	7052377	1211449
REF3 REF3TE	5130998	17023691	2929592
17807474	6399496	3513238	307234

**RESULTAT DE L'ECHANTILLON**

	Concentration Testosterone	Concentration Epitestosterone	Rapport T/E en surface
Valeur obtenue	61,4 ng/mL	5,2 ng/mL	
Valeur finale	61,4 ng/mL	5,2 ng/mL	11,4

**Partie à remplir par le responsable**

Seuil de déclaration du rapport T/E ( en surface ) : 4

Incertitude ( liée à la méthode ) pour le rapport T/E : 30% pour l'Epitestosterone : 30% pour la Testosterone : 20%

Valeur basse du rapport T/E : 8

Résultat : Anormal :

Valeur haute du rapport T/E : 14,8

Inclassable :

Négatif :

**Correction des concentrations en Testosterone et Epitestosterone par la densité (cf doc E-INC-03) :**

Densité affichée	1,025	PARAPHE <i>E</i>
Numéro du réfractomètre	2	
Densité corrigée :	1,025	
Facteur de correction	0,74	
Concentration corrigée de Testosterone	45,4	
Concentration corrigée d'Epitestosterone	3,9	

Ecart n° :

*Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation*

**SECTION 2**  
**TECHNICAL PART**

**2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS**

LNDD

CONFIDENTIEL

ENREGISTREMENT  
(LISTE)

Codification : L-CONF-01

Date : 09/06/2006

1/3

SPECIMEN

## LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

ASSURANCE QUALITE  
LNDD

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Méthylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de l'Amphétamine et de la Méthylamphétamine	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA : Cafeine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quantif éphédrines	EC13B	I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quantif Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA : Ephedrine	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Béta bloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Béta bloquants (*) par MBA	EC14A	I-CONF-14A	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Béta bloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Stupéfiants (*)	EC09A	I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09C	I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorphone	EC09D	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25	M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Qualif morphine	EC27A	I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Quantif morphine	EC27B	I-CONF-27B	M-EX-20	M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quantif Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE	EC10A	I-CONF-10A	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE à bas seuil	EC10E	I-CONF-10E	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clenbuterol	EC18D	I-CONF-18D	M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Trappe (MS3)

<b>LNDD</b>	<b>ENREGISTREMENT (LISTE)</b>	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 2/3
<b>LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE</b>		

**CONFIDENTIEL**

<b>SPECIMEN</b>					
Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)
Epioxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
Zeranol et Taleranol (α et β Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)
Quanti 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Semi Quanti T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)
β-Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI
Analyse C12/C13 des métabolites de la testostérone	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52 M-AN-41	GC/MS (SCAN) GC/CIRMS
Terbutaline	EC18B	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Reproterol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol	EC18B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol en MS2	EC18E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)
Quanti Salbutamol >500ng/mL	EC18G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)
EPO	ES07	I-CONF-07	M-EX-28 / 28B	M-AN-43	Immuno-détection
HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques : LH - β-hCG	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	- Immunofluorescence quantitative - Immunochromatographie qualitative
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN)
Diurétiques *	EC28A	I-CONF-28A	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Diurétiques *	EC28B	I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ESI
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI

<b>LNDD</b>	<b>ENREGISTREMENT (LISTE)</b>	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 3/3
<b>LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE</b>		

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

\* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

**SPECIMEN**

**CONFIDENTIEL**

**EVOLUTIONS**

Date de création	Montif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
B	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reprotol, fenoterol Ajout de la confirmation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et bêta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Méthylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 1 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

*Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C*

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	<b>APPLICABLE le</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; display: inline-block;">19 JAN. 2006</div>
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tube préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	<b>CONFIDENTIEL</b>  ASSURANCE QUALITÉ LNDD
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette	<div style="font-size: 2em; font-weight: bold; opacity: 0.5;">SPECIMEN</div> Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	
Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase	Compte goutte	β-glucuronidase Chambre froide à +4°C
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymarck Vortex	
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon :  
 Mettre de côté un tube sec  
 Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml  
 Pipette pasteur  
 Vortex

Acétonitrile

**SPECIMEN**

Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml  
 Pipette pasteur

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine  
 Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner  
 Vortex

Pyridine desséchée  
 Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale  
 Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

**CONFIDENTIEL**

Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C  
 ou  
 Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile  
 Agiter 10 secondes  
 Ajouter 1 ml d'eau ultrapure  
 Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml  
 Cônes Biohit

Acétonitrile  
 Eau ultrapure

Vortex

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg  
 Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions  
 F1 (environ 2h00)  
 F2 (environ 1h30)  
 F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

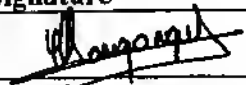
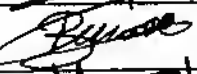

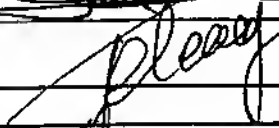
Traitement des fractions F<sub>2</sub> et F<sub>3</sub>

SPECIMEN

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	
<b><u>Après analyse GC/MS :</u></b>		
Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 4 / 4
<b>SPECIMEN</b> METHODE DE PREPARATION POUR LA DETERMINATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A -->Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

CONFIDENTIEL

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian S00mg/3ml

*Documents utilisés: I-M-02, I-N-02*

**I. DISPOSITION DES SOLVANTS :**

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : Eau ultrapure
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

**2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :**

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

- Blanc urinaire 1
- Echantillon 1
- Blanc urinaire 2
- Echantillon 2
- ...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

**3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :**

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8,5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES          METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	<i>[Signature]</i>
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	<i>[Signature]</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	<i>[Signature]</i>

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07
		Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	IrmsIte.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble I3x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C <sub>18</sub> Varian - 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

**ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD**

**1. DISPOSITION DES SOLVANTS :**

Voie 1 : Méthanol  
Voie 2 : Eau ultrapure  
Voie 3 : Acétonitrile  
Voie 4 : Rien  
Voie 5 : Rien  
Voie 6 : Rien  
Voie 7 : Rien  
Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

**CONFIDENTIEL**

**2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :**

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1  
Blanc urinaire 1 tube 2  
Blanc urinaire 1 ....  
Echantillon 1 tube 1  
Echantillon 1 tube 2  
Echantillon 1 ....  
Blanc urinaire 2 tube 1  
Blanc urinaire 2 tube 2  
Blanc urinaire 2 ....

**SPECIMEN**



<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/IRMS</b>		

Echantillon 2 tube 1  
Echantillon 2 tube 2  
Echantillon 2 ....

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

**3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :**

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
<b>Elution</b>	<b>Acétonitrile</b>	<b>Fraction 1</b>	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	<i>[Signature]</i>
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	<i>[Signature]</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	<i>[Signature]</i>

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

**SPECIMEN**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C <sub>18</sub>
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

APPLICABLE le  
08 SEP. 2005

**1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :**

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : H<sub>2</sub>O (ultrapure)
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

**CONFIDENTIEL**

**2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :**

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)  
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluts.  
Utiliser le gros rack, disposer au niveau des receuils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

**SPECIMEN**

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08
		Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

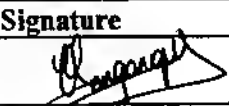

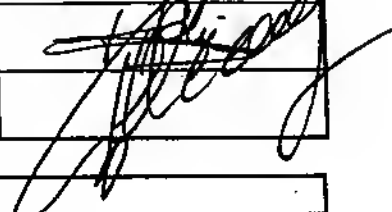
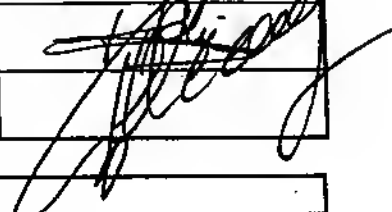
### 3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H <sub>2</sub> O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH <sub>3</sub> CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H <sub>2</sub> O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/CIRMS</b>		

Action	Persoone concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	08/09/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

**CONFIDENTIEL**

**SPECIMEN**

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

178/07 995474

Sexe :

M

F

Mise à l'ambient de l'échantillon :

Date :

22/07/06

Heure :

9h05

Prise d'essai :

Volume :

3.0 mL

Heure :

11h20

Paraphe :

*[Signature]*

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	22/07/06	pHmet n° : 7	22,2	5,22	<i>[Signature]</i>
Densité	22/07/06	Refract n° : 2		1,025	<i>[Signature]</i>

Blanc urinaire :

Pool 4

Densité :

1,023

Prise d'essai :

10 mL

Paraphe :

*[Signature]*

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	22/07/06	11h25		Rapid Trace : RTISC	<i>[Signature]</i>
	22/07/06		12h50		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Evaporation	22/07/06	12h50	13h20	Bain à sec (BSE) : 521	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Hydrolyse	22/07/06	13h35		Code du tampon : 7060606 - 11	<i>[Signature]</i>
	22/07/06		14h35	DLU* de la βGlu : 22/08/06 Etuve n° : 5	
Deuxième extraction	22/07/06	14h45		Rapid Trace : RTISC	<i>[Signature]</i>
	22/07/06		16h30		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

\*DLU: date limite d'utilisation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	22/07/06	16h30	17h20	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Acétylation	22/07/06	17h25		DLU* Anhydride acétique : 9/1/06 DLU* Pyridine : 10/2006	<i>[Signature]</i>
	22/07/06		19h05	Bain à sec (BSE) : S21 ou Température ambiante	
Evaporation	22/07/06	19h05	19h35	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Troisième extraction	22/07/06	19h40		Rapid Trace : RT02D	<i>[Signature]</i>
	23/07/06		9h05		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR .1	
Evaporation	23/07/06	9h05	10h40	Bain à sec (BSE) : 114	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR .1	
Ajout SI,	23/07/06	10h40		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	<i>[Signature]</i>
Mise en vial			10h45	003F	
Evaporation	23/07/06	10h45		Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
	23/07/06		10h55		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR .1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	2	5	30
Volume hexane (µl)	100	100	400

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	23/07/06	10h55			<i>[Signature]</i>
Injection CG/MS	23/07/06	11h00		MSD 20	<i>[Signature]</i>
	23/07/06		F3: 13h30 F1: 13h40		<i>[Signature]</i>
Ajout du SI si nécessaire	23/07/06	F1: 13h20 F2: 14h15		Code du SI (200ng/μL) : H67-003F	<i>[Signature]</i>
Evaporation	23/07/06	F1: 13h20 F2: 14h15	F3: 13h30 F1: 13h30 F2: 14h30	Bain à sec (BSE) : 5.21	<i>[Signature]</i>
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
injection Gclns F2	23/07/06	14h30	15h00		<i>[Signature]</i>
ajout SI évaporation	23/07/06	15h00	15h10		<i>[Signature]</i>
reprise Hexane	23/07/06	15h10			<i>[Signature]</i>

Analyse par GC/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	10	55	10
Volume final hexane (μl)	50	400	45



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
<b>FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS</b>		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	23/07/06	F3: 14h25 F1: 13h30 F2: 15h10			<i>[Signature]</i>
Injection GC/C/IRMS	23/07/06	F3: 14h25 F1: 13h30 F2: 15h10		ISOPRIME 1	<i>[Signature]</i>

**Autres opérations** (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

*Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon*

**SECTION 2**  
**TECHNICAL PART**

**2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS**

**2.4.1 GC/MS analysis**

TOPLEVEL PARAMETERS

Method Information For: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN\_52.M  
Method Sections To Run:

- Save Copy of Method With Data
- MSTOP Pre-Run Cmd/Macro =
- Instrument Control Pre-Run Cmd/Macro =
- Data Analysis Pre-Run Cmd/Macro =
- Data Acquisition
- Data Analysis
- MSTOP Post-Run Cmd/Macro =
- Instrument Control Post-Run Cmd/Macro =
- Data Analysis Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:  
This is the default method

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp: 70 'C (On) Maximum temp: 325 'C  
Initial time: 1.00 min Equilibration time: 0.50 min  
Ramps:  
# Rate Final temp Final time  
1 30.00 270 12.00  
2 10.00 300 3.00  
3 0.0(Off)  
Post temp: 70 'C  
Post time: 0.00 min  
Run time: 25.67 min

FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)

Mode: Splitless  
Initial temp: 280 'C (On)  
Pressure: 145.0 kPa (On)  
Purge flow: 20.0 mL/min  
Purge time: 2.00 min  
Total flow: 25.4 mL/min  
Gas saver: Off  
Gas type: Helium

BACK INLET (UNKNOWN)

COLUMN 1

Capillary Column  
Model Number: Agilent 19091s-433  
Max temperature: 325 'C  
Nominal length: 30.0 m  
Nominal diameter: 250.00 um  
Nominal film thickness: 0.25 um  
Mode: constant pressure  
Pressure: 145.0 kPa  
Nominal initial flow: 2.3 mL/min  
Average velocity: 56 cm/sec  
Inlet: Front Inlet  
Outlet: MSD  
Outlet pressure: vacuum

COLUMN 2  
(not installed)

Method: MAN\_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 1

FRONT DETECTOR ( )

BACK DETECTOR ( )

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

(No Detectors Installed)

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater

Description:

Initial temp: 300 'C (On)

Initial time: 0.00 min

# Rate Final temp Final time
1 0.0(Off)

POST RUN

Post Time: 0.00 min

TIME TABLE

Time Specifier

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes 0
Sample Pumps 3
Injection Volume 1.0 microliters
Syringe Size 10.0 microliters
PostInj Solvent A Washes 3
PostInj Solvent B Washes 3
Viscosity Delay 3 seconds
Plunger Speed Fast
PreInjection Dwell 0.00 minutes
PostInjection Dwell 0.00 minutes

Back Injector:

0 parameters specified

Column 1 Inventory Number : ?

Column 2 Inventory Number :

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Tune File : atune.u
Acquisition Mode : Scan

MS Information

Solvent Delay : 9.00 min
EM Absolute : False
EM Offset : 0
Resulting EM Voltage : 1811.8

[Scan Parameters]

Low Mass : 50.0

Method: MAN\_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 2

High Mass : 550.0  
Threshold : 150  
Sample # : 2 A/D Samples 4  
Plot 2 low mass : 50.0  
Plot 2 high mass : 550.0

[MSZones]

S Quad : 150 C maximum 200 C  
S Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS  
-----

DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

Method Name: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN\_52.M

Percent Report Settings  
-----

Sort By: Signal

Output Destination  
Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings  
-----

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality  
C:\temp\IRMS.L 90

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination  
Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings  
-----

Method: MAN\_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 3

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes  
Printer: No  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Calibration Last Updated:

Reference Window: 10.00 Percent  
Non-Reference Window: 5.00 Percent  
Correlation Window: 0.02 minutes  
Default Multiplier: 1.00  
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

-----  
\*\*\* Empty Quantitation Database \*\*\*

-----  
END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Method: MAN\_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 4

Additional Information for STER1FS.M  
File created Fri Mar 05 17:08:58 2004

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\DEFAULT.M  
Renamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M  
Fri Mar 05 17:08:58 2004

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M  
Renamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FSKETO.M  
Tue Apr 20 14:52:43 2004

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M  
Renamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN\_52.M  
Wed Nov 09 18:43:55 2005

Method: MAN\_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 5

USADA 0128

117

Sequence Name: C:\MSDCHEM\1\sequence\2006\JUL106\2307.S

Comment:

Operator: 49

Data Path: D:\MSD22\JUL106\2307\

Top Pre-Seq Cmd:  
Instrument Control Pre-Seq Cmd:  
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:  
Instrument Control Post-Seq Cmd:  
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch  
(X) Full Method (X) Inject Anyway  
( ) Reprocessing Only ( ) Don't Inject

-----

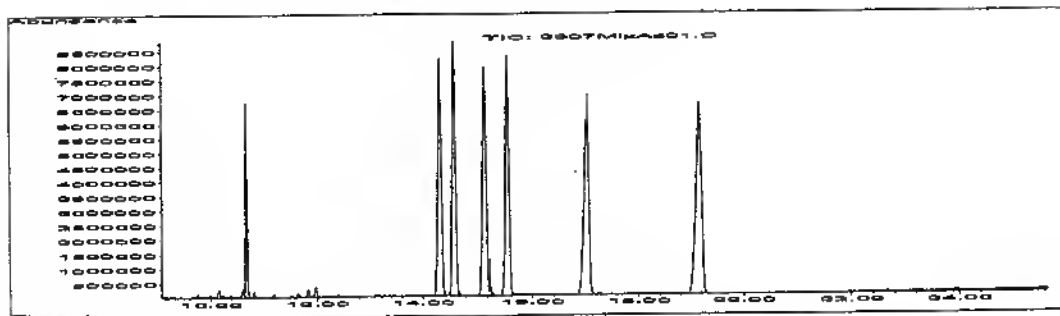
Line		Sample Name/Misc Info
1)	Calibration	1
	Datafile	2307MixAc01
	Method	MAN_52
2)	Blank	2 blu1F3 MAN_52 Blu 1 F3
3)	Sample	3
	Datafile	17807474F3
	Method	MAN_52
4)	Blank	4 blu1F1 MAN_52 Blu 1 F1
5)	Sample	5
	Datafile	17807474F1
	Method	MAN_52
6)	Blank	6 blu1F2 MAN_52 Blu 1 F2
7)	Sample	7
	Datafile	17807474F2
	Method	MAN_52
8)	Sample	7
	Datafile	17807474F2b
	Method	MAN_52

Séquence vérifiée par : .....49.....

Remarques : .....



Data File Name 2307MixAc01.D  
 Data File Path D:\Msd22\Juif06\2307\  
 Operator 49  
 Date Acquired 7/23/2006 10:19  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 50  
 Vial Number 1  
 Misc Info Mix Acétate 001 50 ng injecté



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	10,892,705
Etiocholanolone AC	14.35	1.343	272	20,821,485
Androsterone AC	14.62	1.367	272	35,520,111
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.17	1.419	256	20,304,691
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.57	1.456	316	28,264,859
11 KetoEtiocholanolone AC	17.07	1.597	271	27,735,914
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.20	1.796	284	35,625,886

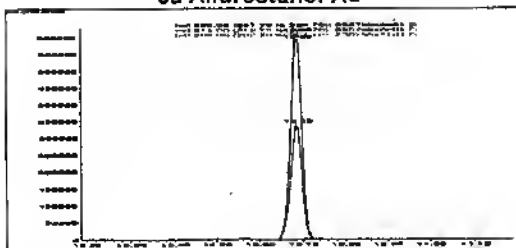
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	11,496,221	105.5
Etiocholanolone AC	257	13,275,551	63.8
Androsterone AC	257	15,144,189	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	18,349,659	90.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	16,541,690	58.5
11 KetoEtiocholanolone AC	191	23,029,104	83.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	20,053,051	56.3

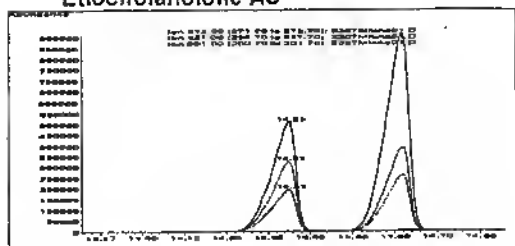
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,139,162	56.4
Etiocholanolone AC	201	7,984,811	38.3
Androsterone AC	218	10,868,162	30.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,646,481	77.1
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	13,817,358	48.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	16,604,214	59.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	9,962,084	28.0

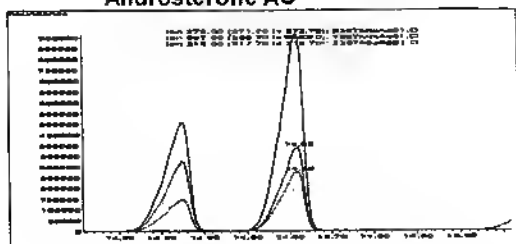
5a Androstanol AC



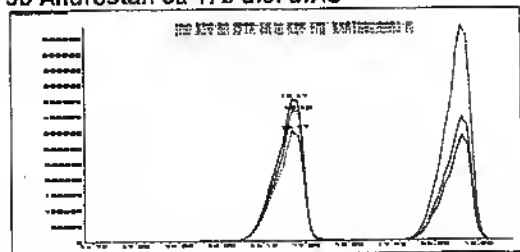
Etiocholanolone AC



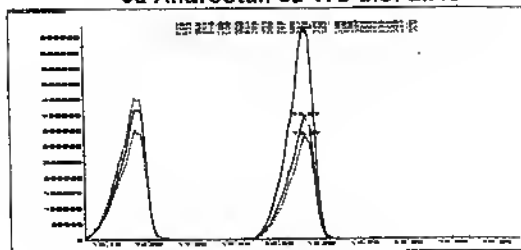
Androsterone AC



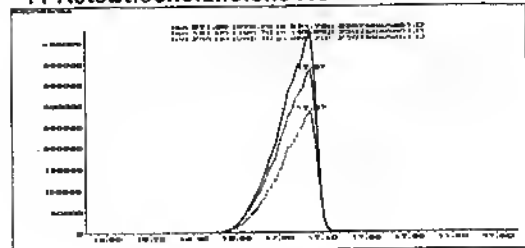
5b Androstan 3a 17b diol diAC



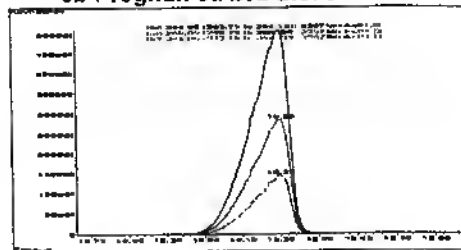
5a Androstan 3a 17b diol diAC



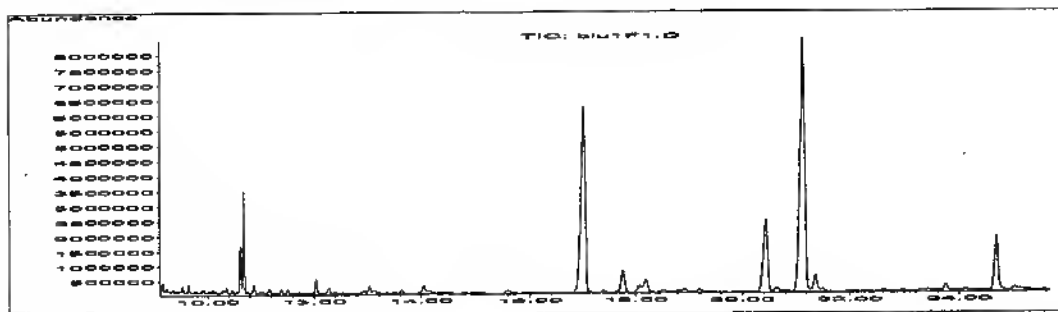
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1F1.D  
 Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\  
 Operator 49  
 Date Acquired 7/23/2006 12:10  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F1  
 Vial Number 4  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,234,507
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.04	1.596	271	23,056,534
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

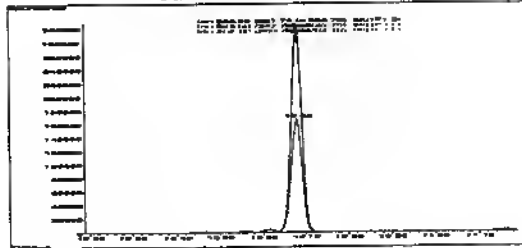
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,447,955	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	19,045,346	82.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

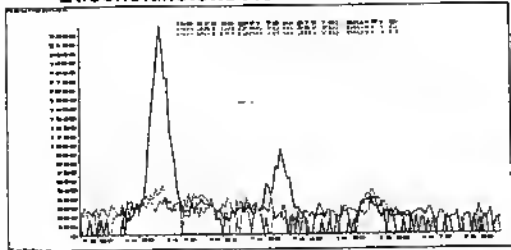
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,943,791	56.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	13,914,444	60.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

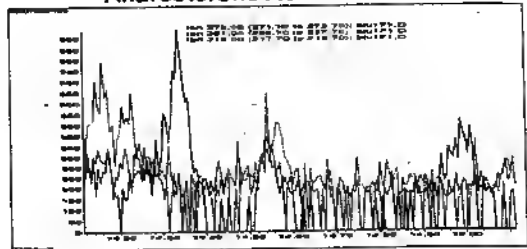
5a Androstanol AC



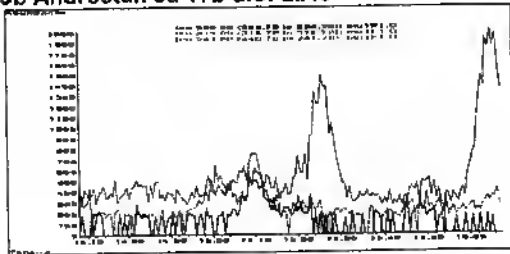
Etiocholanolone AC



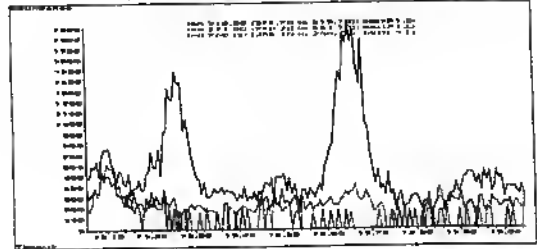
Androsterone AC



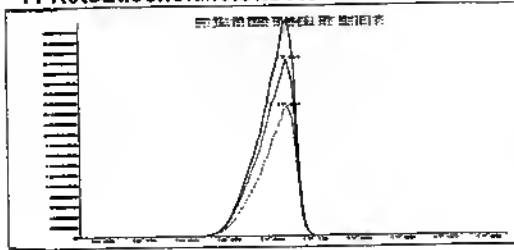
5b Androstan 3a 17b diol diAC



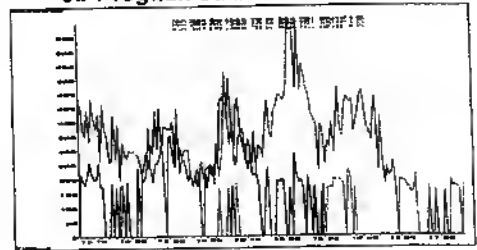
5a Androstan 3a 17b diol diAC



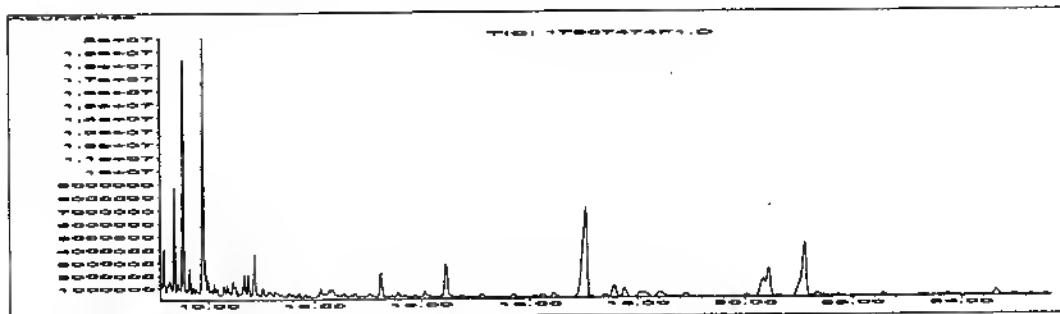
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474F1.D  
 Data File Path D:\Msd22\Jul06\2307\  
 Operator 49  
 Date Acquired 7/23/2006 12:42  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 995474 F1  
 Vial Number 5  
 Misc Info 178/07 995474 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	2,672,512
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.05	1.596	271	27,520,882
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

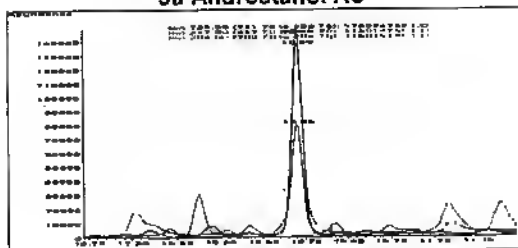
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,977,015	111.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,323,512	81.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

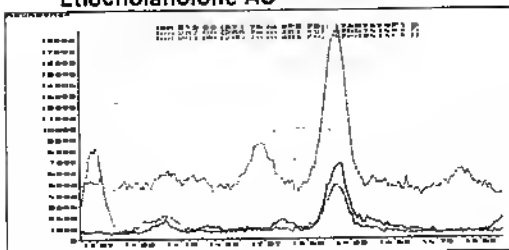
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,719,112	64.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	16,694,242	60.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

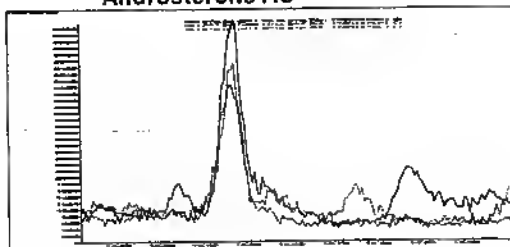
5a Androstanol AC



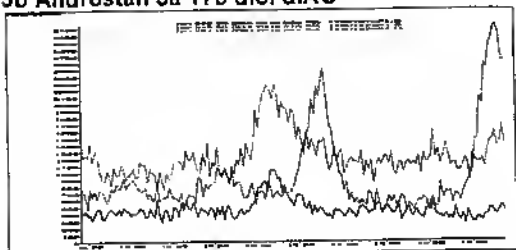
Etiocholanolone AC



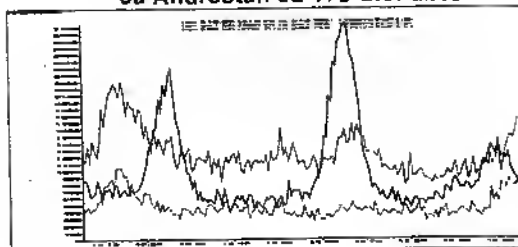
Androsterone AC



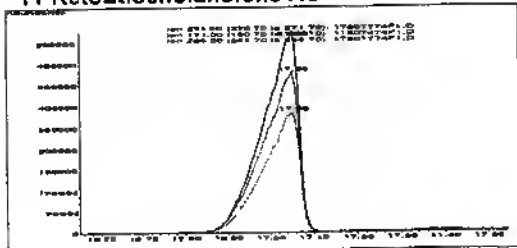
5b Androstan 3a 17b diol diAC



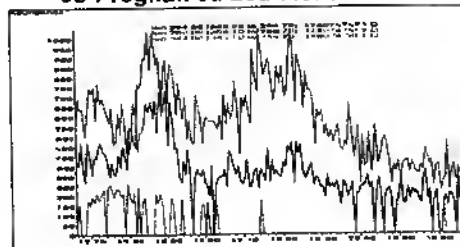
5a Androstan 3a 17b diol diAC



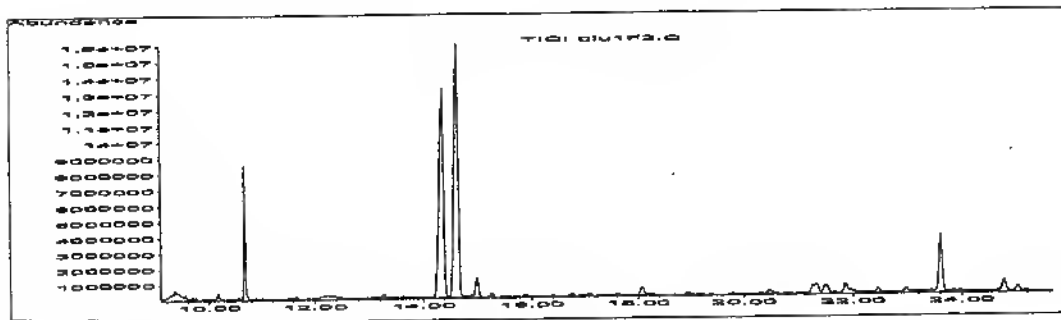
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1F2.D  
 Data File Path D:\Msd22\Jul06\2307\  
 Operator 49  
 Date Acquired 7/23/2006 13:15  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F2  
 Vial Number 6  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	14,356,335
Etiocolanolone AC	14.39	1.347	272	46,218,242
Androsterone AC	14.66	1.373	272	92,159,652
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocolanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

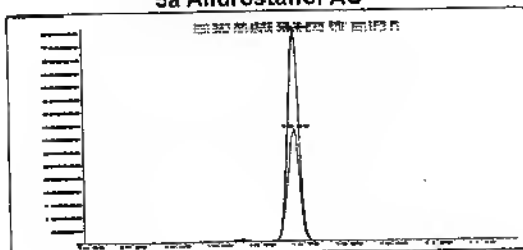
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	14,913,181	103.9
Etiocolanolone AC	257	29,244,244	63.3
Androsterone AC	257	39,385,747	42.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

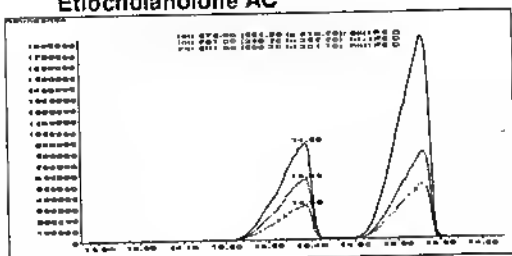
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	7,892,527	55.0
Etiocolanolone AC	201	16,995,418	36.8
Androsterone AC	218	26,814,361	29.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

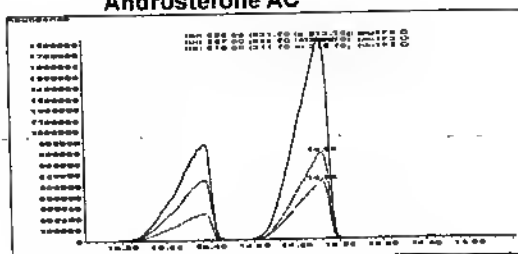
5a Androstanol AC



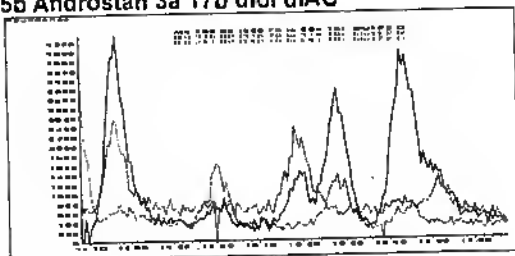
Etiocholanolone AC



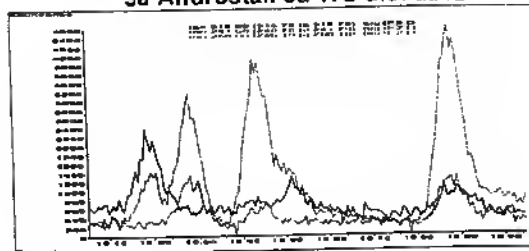
Androsterone AC



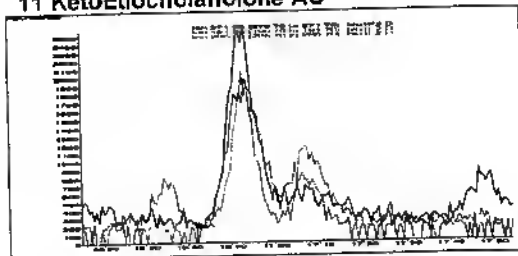
5b Androstan 3a 17b diol diAC



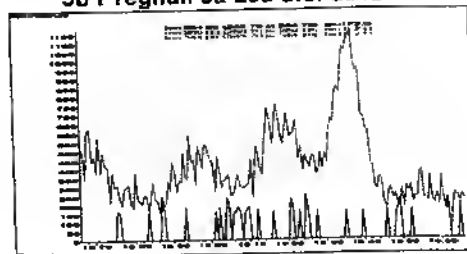
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

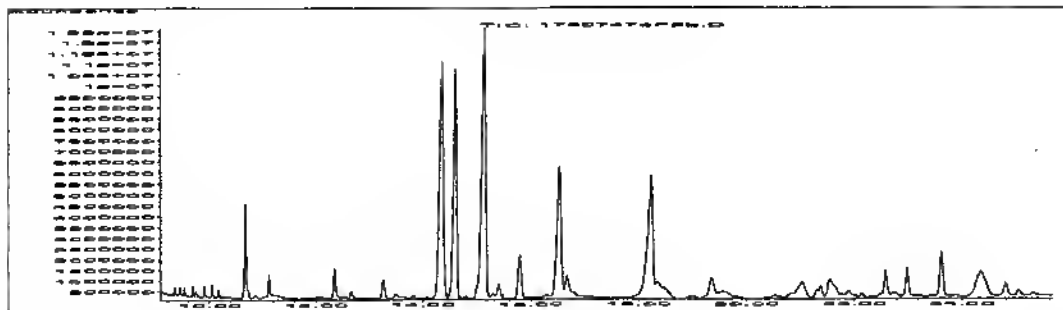


5b Pregnan 3a 20a diol diAC





Data File Name 17807474F2b.D  
 Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\  
 Operator 49  
 Date Acquired 7/23/2006 14:33  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 995474 F2  
 Vial Number 7  
 Misc Info 178/07 995474 Fraction 2 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	6,790,329
Etiocholanolone AC	14.38	1.345	272	30,616,404
Androsterone AC	14.65	1.370	272	44,803,237
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

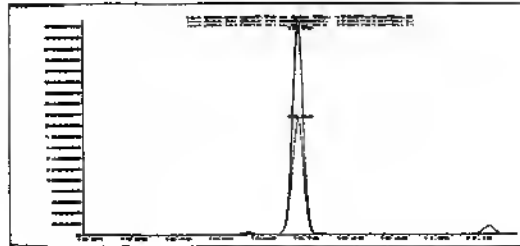
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	7,142,048	105.2
Etiocholanolone AC	257	19,396,055	63.4
Androsterone AC	257	19,255,218	43.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

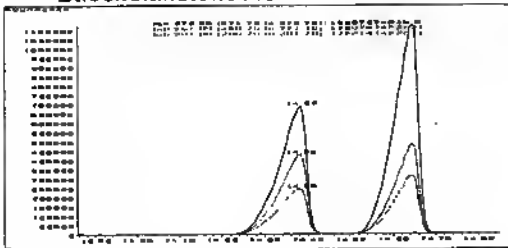
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,868,152	57.0
Etiocholanolone AC	201	11,568,610	37.8
Androsterone AC	218	13,516,338	30.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

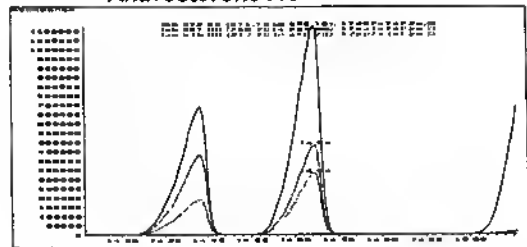
5a Androstanol AC



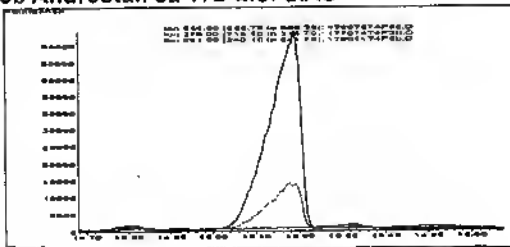
Etiocholanolone AC



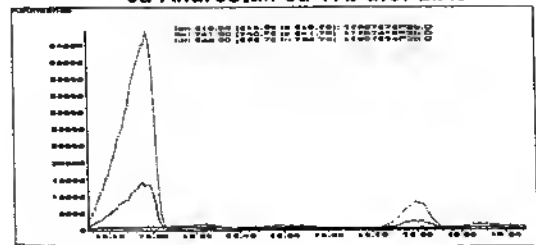
Androsterone AC



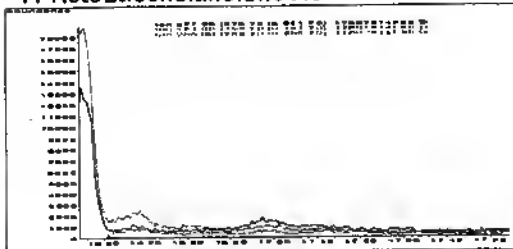
5b Androstan 3a 17b diol diAC



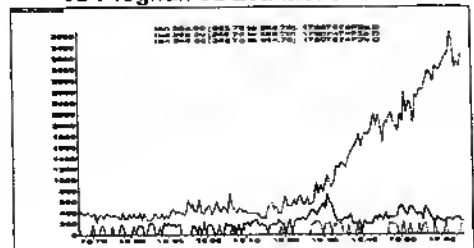
5a Androstan 3a 17b diol diAC



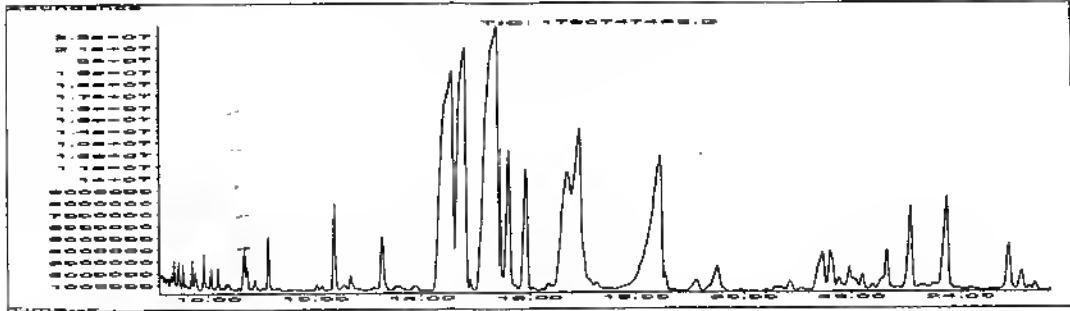
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474F2.D  
 Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\  
 Operator 49  
 Date Acquired 7/23/2006 13:47  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 995474 F2  
 Vial Number 7  
 Misc Info 178/07 995474 Fraction 2 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	4,709,923
Etiocholanolone AC	14.58	1.365	272	169,848,822
Androsterone AC	14.84	1.388	272	213,976,918
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

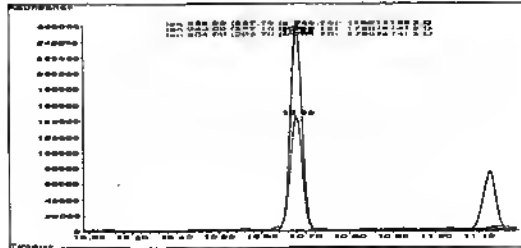
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,011,709	106.4
Etiocholanolone AC	257	104,358,276	61.4
Androsterone AC	257	91,230,541	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

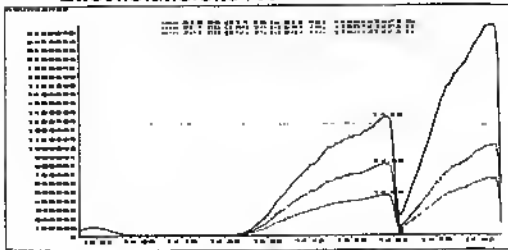
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,896,716	61.5
Etiocholanolone AC	201	59,514,197	35.0
Androsterone AC	218	61,028,102	28.5
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

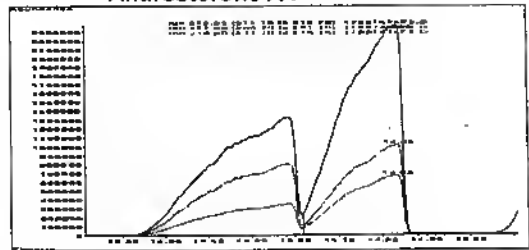
5a Androstanol AC



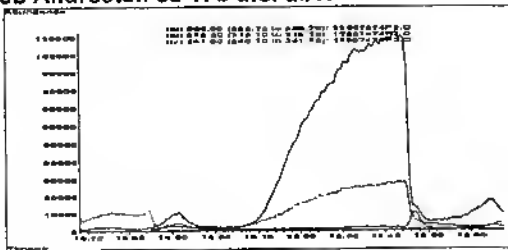
Etiocholanolone AC



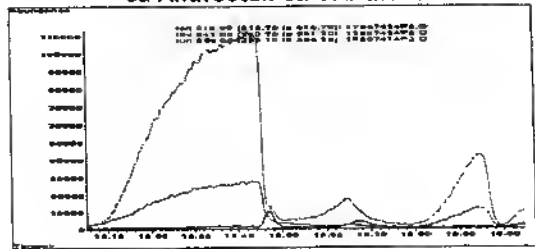
Androsterone AC



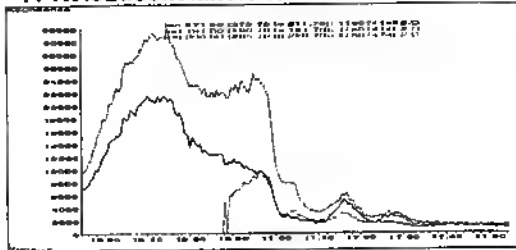
5b Androstan 3a 17b diol diAC



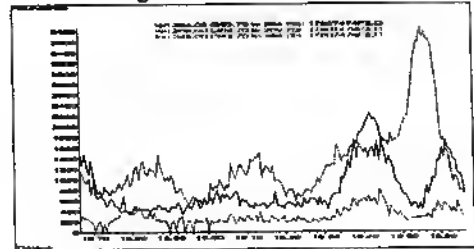
5a Androstan 3a 17b diol diAC



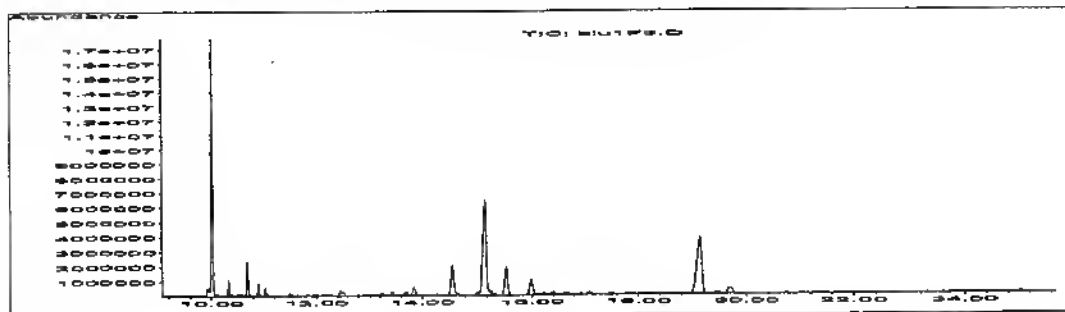
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1F3.D  
 Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\  
 Operator 49  
 Date Acquired 7/23/2006 11:00  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F3  
 Vial Number 2  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	3,476,361
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.17	1.420	256	15,597,241
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.452	316	5,215,670
11 KetoEtiocolanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.14	1.792	284	16,549,438

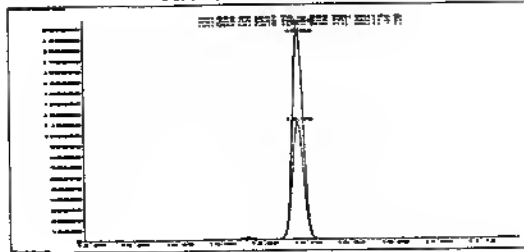
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,650,999	105.0
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,170,551	90.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,187,095	61.1
11 KetoEtiocolanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	9,365,521	56.6

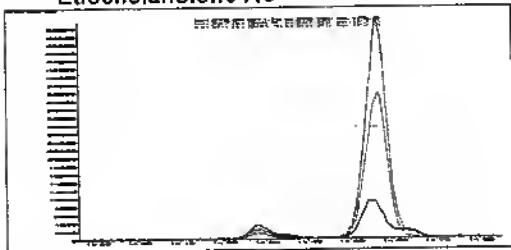
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,954,169	56.2
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	12,280,836	78.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,634,418	50.5
11 KetoEtiocolanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,508,073	27.2

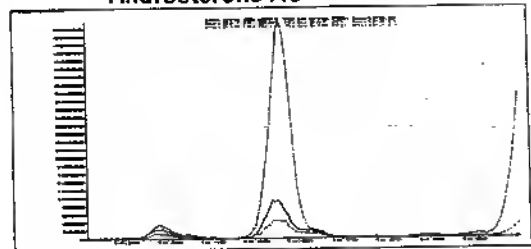
5a Androstanol AC



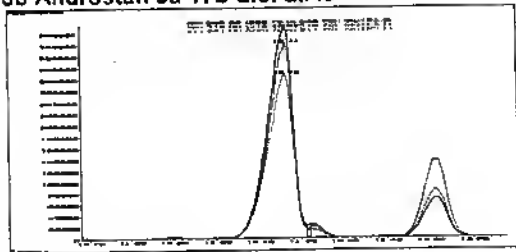
Etiocholanolone AC



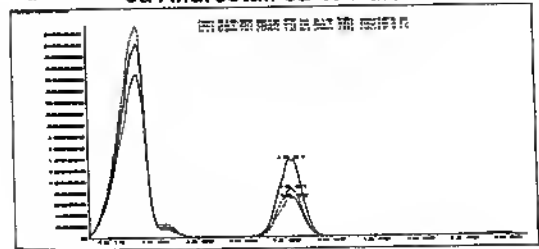
Androsterone AC



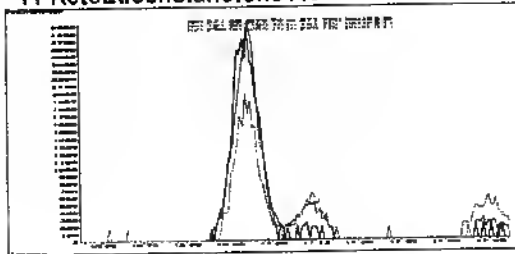
5b Androstan 3a 17b diol diAC



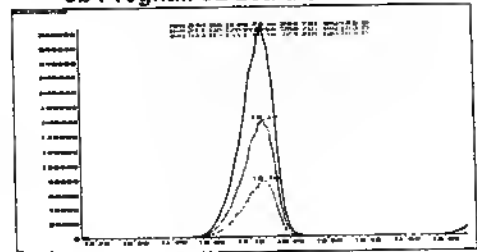
5a Androstan 3a 17b diol diAC



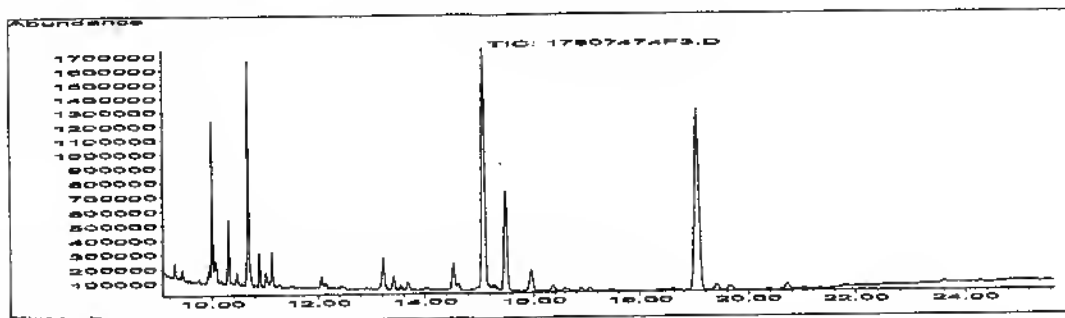
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474F3.D  
 Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\  
 Operator 49  
 Date Acquired 7/23/2006 11:33  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 995474 F3  
 Vial Number 3  
 Misc Info 178/07 995474 Fraction 3 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	2,492,729
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.10	1.415	256	3,658,105
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.48	1.450	316	1,968,201
11 KetoEtiocolanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.06	1.786	284	4,951,688

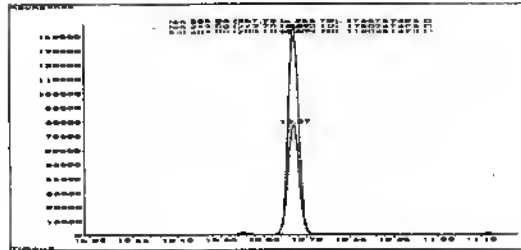
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,615,044	104.9
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	3,242,469	88.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,199,926	61.0
11 KetoEtiocolanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	2,833,947	57.2

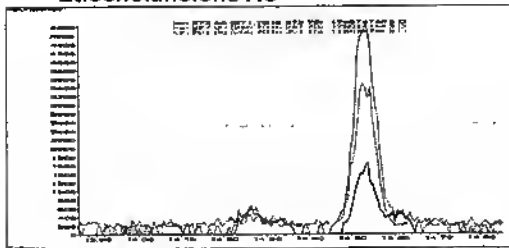
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,395,444	56.0
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	2,877,543	78.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	985,712	50.1
11 KetoEtiocolanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	1,343,347	27.1

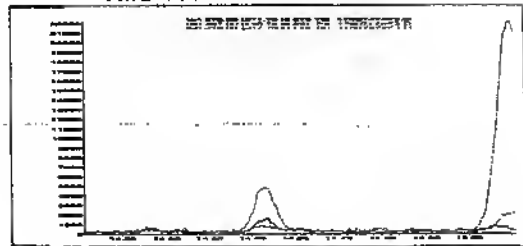
5a Androstanol AC



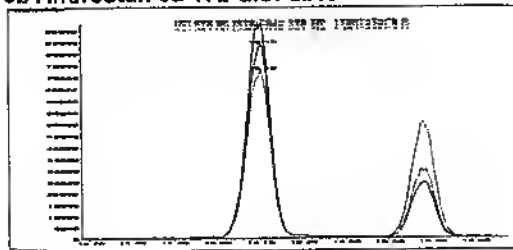
Etiocholanolone AC



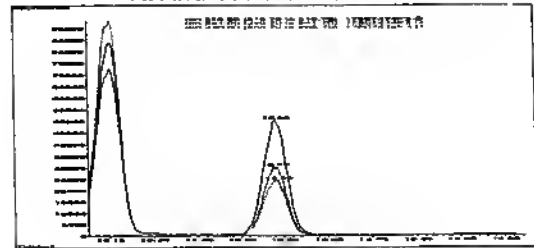
Androsterone AC



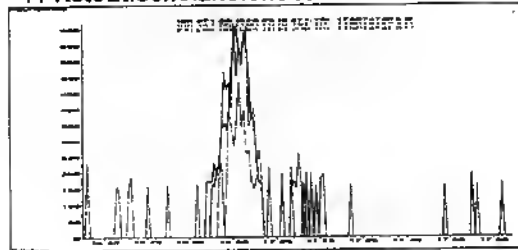
5b Androstan 3a 17b diol diAC



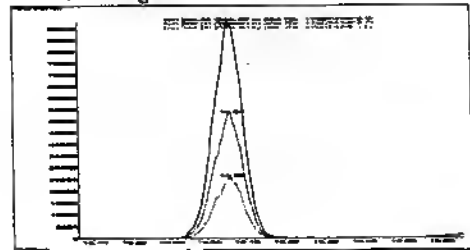
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC





LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM</b> (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : MSD 230

Date : 23/07/06

**1 - Source d'ionisation**

		Oui	Non
MSD	Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	Repeller < 35	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Polaris	Ion time > 2 ms	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

**2 - Etanchéité do système**

		Oui	Non
MSD	18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 44/69 (CO2) < 10%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	Polaris	Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18	<input type="checkbox"/>

Observations :

**3 - Sensibilité**

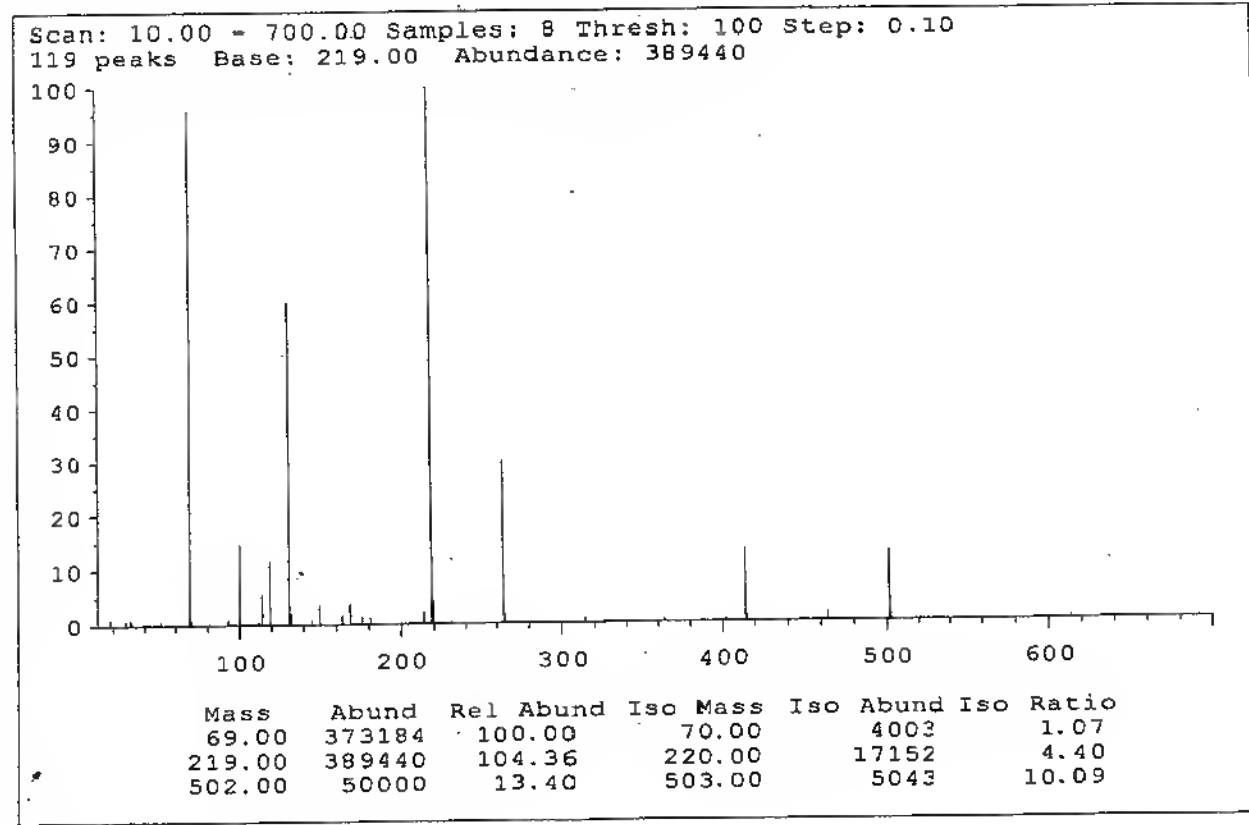
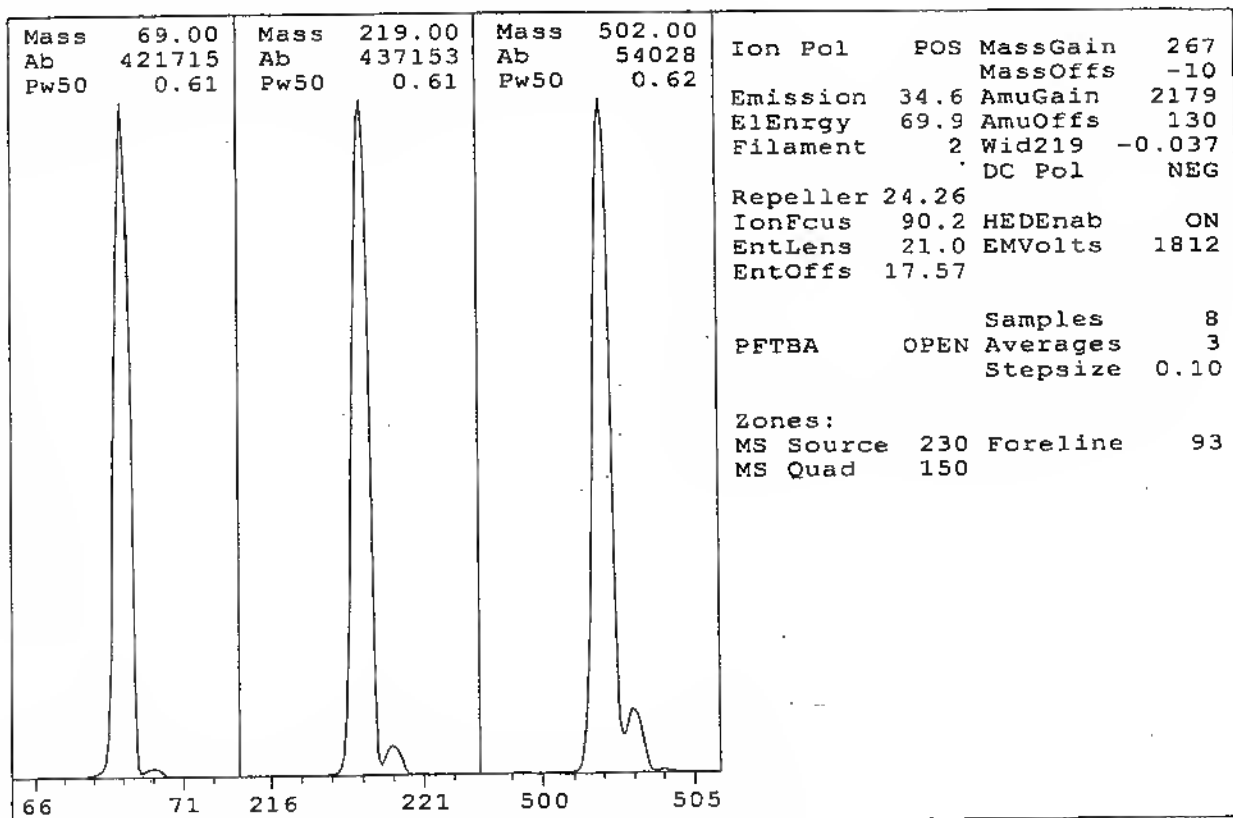
		Oui	Non
Screening	Recal / Mix conforme	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Conf	TP conforme - Fichier : 2307 Mix Acc 01	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

Code opérateur et paraphe : 49 *[Signature]*

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Sun Jul 23 10:11:55 2006  
 C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U



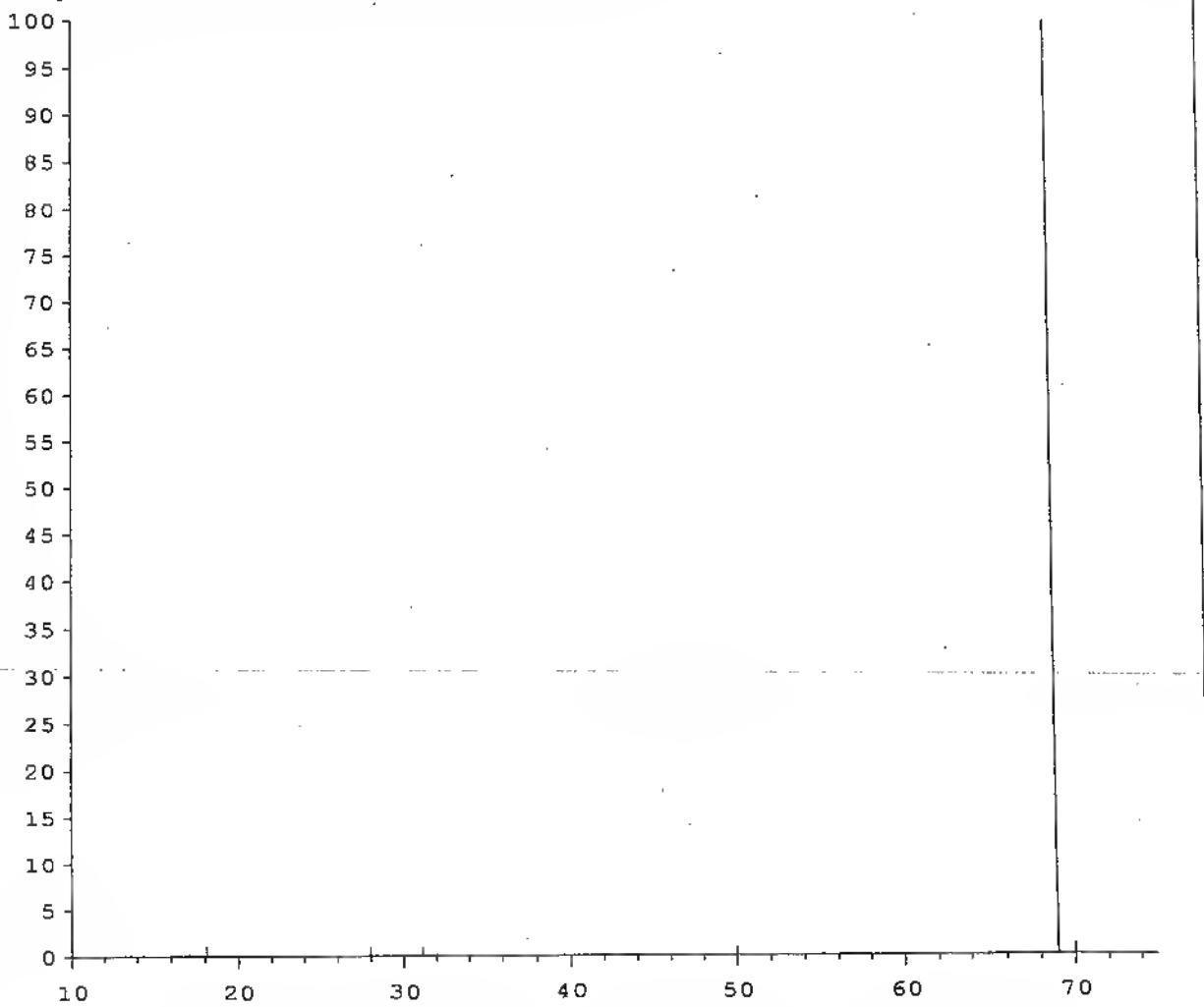
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Sun Jul 23 10:12:58 2006

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
 69 peaks Base: 69.00 Abundance: 322304



Mass	Abund	Rel Abund	Iso	Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	322304	100.00		70.00	3612	1.12
18.10	3336	1.04		19.00	34	1.02
28.00	3013	0.93		28.90	58	1.92

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 1.04	Water%
28/69 = 0.93	Nitrogen%
32/69 = 0.28	Oxygen%
44/69 = 0.17	Carbon Dioxide%
28/18 = 90.32	Nitrogen/Water%

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	A
		Date :	31/01/2006
			1/3
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS</b>			

Echantillon :

Tolérances fixées par l'AMA ( document : WADA Technical Document - TD2003IDCR )

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu ) de variation  
 25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif)  
 < 25% +/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation:  Surface:  Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10.69	10.69	10.69	10.67
Fichier	2307MixAc01	17807474F1	17807474F2b	17807474F3

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	17.07	1.597	100	83	59.9	17.05	1.596	100	81.1	60.7
Tolérance basse	16.90	1.581		73	49.9					
Tolérance haute	17.24	1.613		93	69.9					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14.35	1.343	100	63.8	42.6	14.38	1.345	100	63.4	37.8
Tolérance basse	14.21	1.330		53.8	34.08					
Tolérance haute	14.49	1.356		73.8	51.12					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	A
		Date :	31/01/2006 2/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée : **Androstérone AC** Fichier : **17807474F2b**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14.62	1.367	100	42.6	30.6	14.65	1.370	100	43	30.2
Tolérance basse	14.47	1.353		34.08	24.48					
Tolérance haute	14.77	1.381		51.12	36.72					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée : **5b Androstane-3a,17b-diol diAC** Fichier : **17807474F3**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15.17	1.419	100	90.4	77.1	15.1	1.415	100	88.6	78.7
Tolérance basse	15.02	1.405		80.4	67.1					
Tolérance haute	15.32	1.433		100.4	87.1					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée : **5a Androstane-3a,17b-diol diAC** Fichier : **17807474F3**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15.57	1.456	100	58.5	48.9	15.48	1.450	100	61	50.1
Tolérance basse	15.41	1.441		48.5	39.12					
Tolérance haute	15.73	1.471		68.5	58.68					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée : **5b Prégnane-3a,20a-diol diAC** Fichier : **17807474F3**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19.2	1.796	100	56.3	28	19.06	1.786	100	57.2	27.1
Tolérance basse	19.01	1.778		46.3	22.4					
Tolérance haute	19.39	1.814		66.3	33.6					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	A
		Date :	31/01/2006
3/3			
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS</b>			

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :    oui     non   
 Concordance des Trr :    oui     non   
 Concordance globale des abondances relatives :                    oui     non

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :    oui     non   
 Concordance des Trr :    oui     non   
 Concordance globale des abondances relatives :                    oui     non

Paraphe et code opérateur :

49 *[Signature]*

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes :                    oui     non

Paraphe et code opérateur :

19 CB

Observations :

*Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon*

**SECTION 2**  
**TECHNICAL PART**

**2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS**

**2.4.2 Isotopic ratio analysis**

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41
		Version : B
		Date :28/10/2005
		1/2
<b>MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI</b>		

**SPECIMEN**

**COLONNE**

Type: DB17-MS JW Scien 122.4732  
 Longueur: 30m  
 Diamètre interne: 0.25mm  
 Epaisseur du film: 0.25µm

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

**INJECTION**

Mode: Splitless (insert splitless)  
 Température injecteur: 280°C  
 Volume injecté: 1µl-4µl  
 Solvants de rinçage ALS: Solvant A: Acétonitrile  
 Solvant B: Hexane

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

**CONDITIONS GC**

Température initiale: 70°C pendant 1 min  
 Gradient de température: 70→271°C à 30°C/min  
 271°C→281°C à 0.6°C/min  
 281°C pendant 3 min  
 281→300°C à 5°C/min  
 Température finale: 300°C pendant 5 min  
 Temps d'analyse: 45 min  
 Pression constante: Ajuster le SI à environ 870s

**INTERFACE**

Piège à eau: -100°C  
 Ligne de transfert: 350°C  
 Four à combustion: 850°C

**CONFIDENTIEL**

**CONDITIONS SM**

Mode d'acquisition: ions 44, 45 et 46  
 Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total:2580s  
 à 100s RG open  
 à 130s RG close  
 à 160s RG opeo  
 à 190s RG close  
 à 220s RG open  
 à 250s RG close  
 à 750s HS close  
 à 2000s HS open  
 à 2400s RG open  
 à 2430s RG close  
 à 2460s RG open  
 à 2490s RG close  
 à 2510s RG open  
 à 2540s RG close



Batch Data Processing Results

Data File Name : 230706  
 Autorun Setup File Name : 230706  
 Blank Subtraction : Disabled  
 Background Subtraction : Disabled  
 Reference Gas : Enabled  
 Ref Gas Delta (C13) : -34.50  
 Ref Gas Delta (O18) : -19.30  
 Current Time : 21:23:49  
 Current Date : 23/07/06

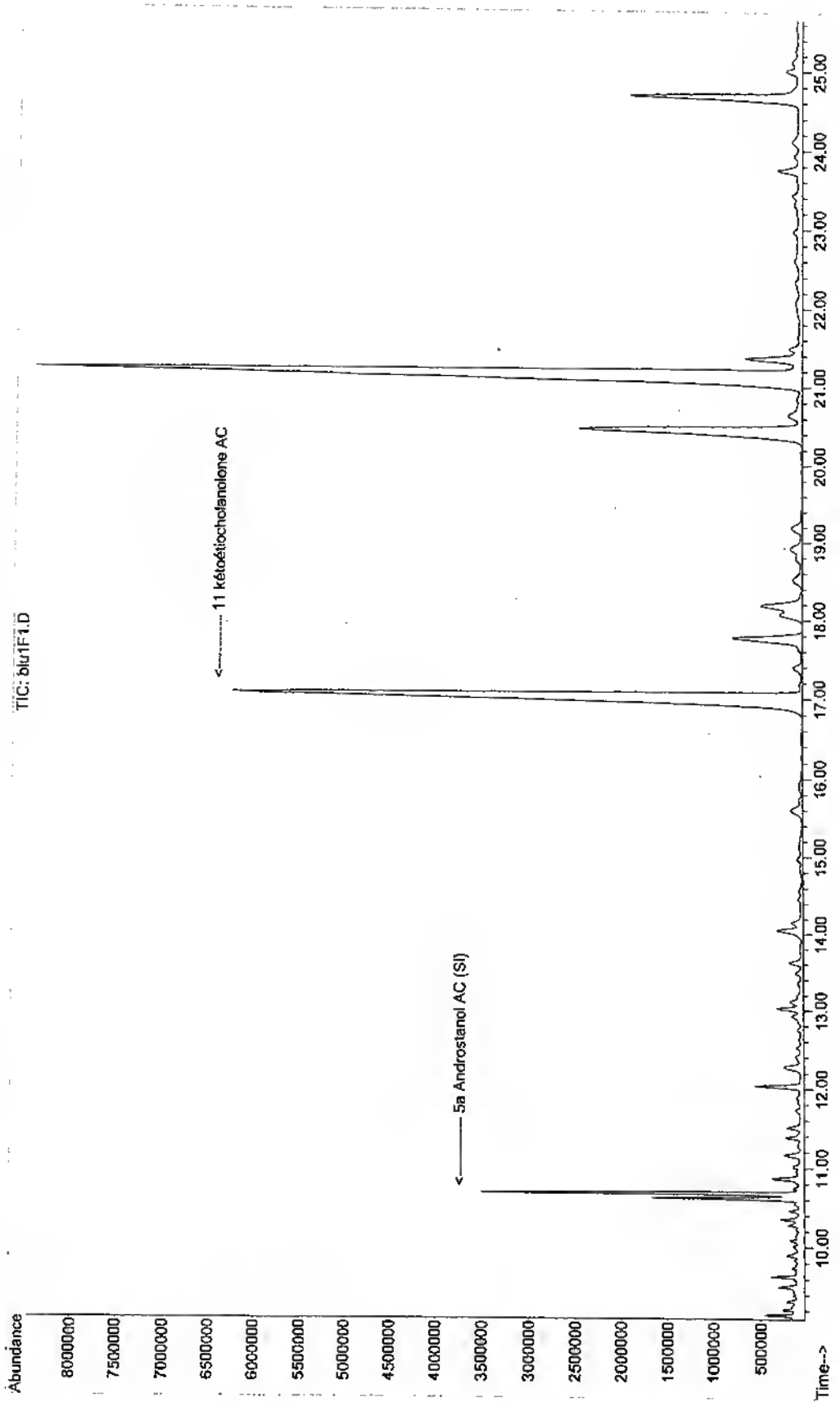
Sample Details		Elemental Isotopic			
No.	Name	Weight (mg)	Ref Type	% Comp (C)	Delta (C13) (O18)
1	stabilite 1	0.000	Sam		
2	stabilite 2	0.000	Sam		
3	stabilite 3	0.000	Sam		
4	Mix cal IRMS 003-1	0.000	Sam		
5	Mix cal IRMS 003-2	0.000	Sam		-31.51 -41.1
6	Mix cal IRMS 003-3	0.000	Sam		-32.22 -39.5
7	Mix cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	-31.59 -40.3
8	Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul			0.000 Sam	-
9	178/07 995474 F3/45ul inj 2ul			0.000 Sam	-30
10	Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul			0.000 Sam	-3
11	178/07 995474 F1/50ul inj 1ul			0.000 Sam	-30
12	Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul			0.000 Sam	-3
13	178/07 995474 F2/400ul inj 1ul			0.000 Sam	-2
14	Mix Cal Acetate 001A-2	0.000	Sam		-25.21

Sample Details		Elemental Isotopic			
No.	Name	Weight (mg)	Ref Type	Atom % (C13)	Atom % XS (C13)
1	stabilite 1	0.000	Sam		
2	stabilite 2	0.000	Sam		
3	stabilite 3	0.000	Sam		
4	Mix cal IRMS 003-1	0.000	Sam	1.07659	-0.0346
5	Mix cal IRMS 003-2	0.000	Sam	1.07582	-0.0384
6	Mix cal IRMS 003-3	0.000	Sam	1.07651	-0.0347
7	Mix cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	1.08310 -
8	Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul			0.000 Sam	1.07733 -0.
9	178/07 995474 F3/45ul inj 2ul			0.000 Sam	1.07699 -0
10	Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul			0.000 Sam	1.07809 -0.
11	178/07 995474 F1/50ul inj 1ul			0.000 Sam	1.07812 -0
12	Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul			0.000 Sam	1.07960 -0
13	178/07 995474 F2/400ul inj 1ul			0.000 Sam	1.07095 -
14	Mix Cal Acetate 001A-2	0.000	Sam		-25.21

Séquence vérifiée par : .....49.....

Remarques : .....

File : D:\Msd22\Juil06\2307\blu1F1.D  
Operator : 49  
Acquired : 23 Jul 2006 12:10 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name: Blu 1 F1  
Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100uL  
Vial Number: 4



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_010  
 Folder : 230706  
 Sample Name : Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul  
 Sample ID :  
 Sample Position : 5  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 13:11:34 Date : 23/07/06  
 Current Time : 13:56:19 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.633E-8	1.1780E-2	4.2529E-3
182.6	8.640E-8	1.1780E-2	4.2531E-3
242.7	8.674E-8	1.1780E-2	4.2530E-3
2423.5	8.603E-8	1.1779E-2	4.2523E-3
2483.5	8.553E-8	1.1779E-2	4.2524E-3
2533.5	8.673E-8	1.1780E-2	4.2528E-3

Std Dev Of Fit 1.5656E-7 1.9660E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
867.0	3.68E-9	1.5842E-8	1.1815E-2	4.1787E-3	-30.80	-58.95	-36.42	15
1473.5	3.27E-9	3.4193E-8	1.1885E-2	4.1658E-3	-24.55	-59.30	-39.40	18
1763.2	1.29E-9	1.4952E-8	1.1865E-2	4.1785E-3	-26.44	-58.27	-36.43	17
1826.6	3.77E-9	4.6201E-8	1.1879E-2	4.1729E-3	-25.16	-57.89	-37.73	16

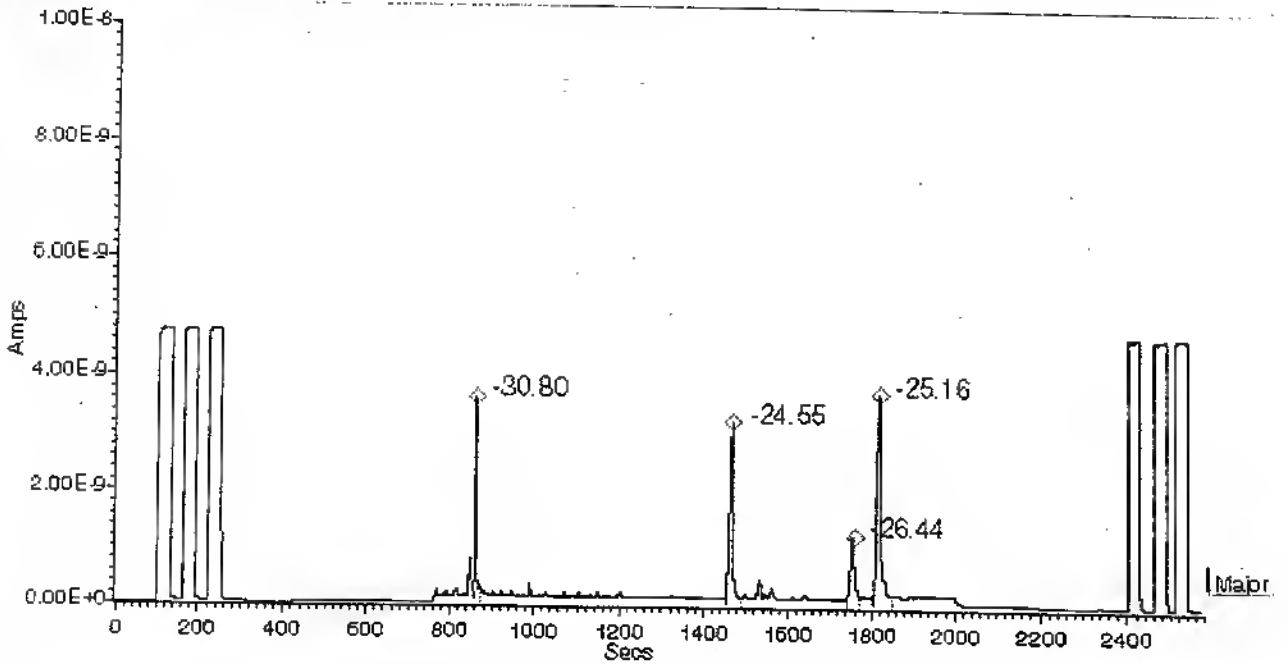
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

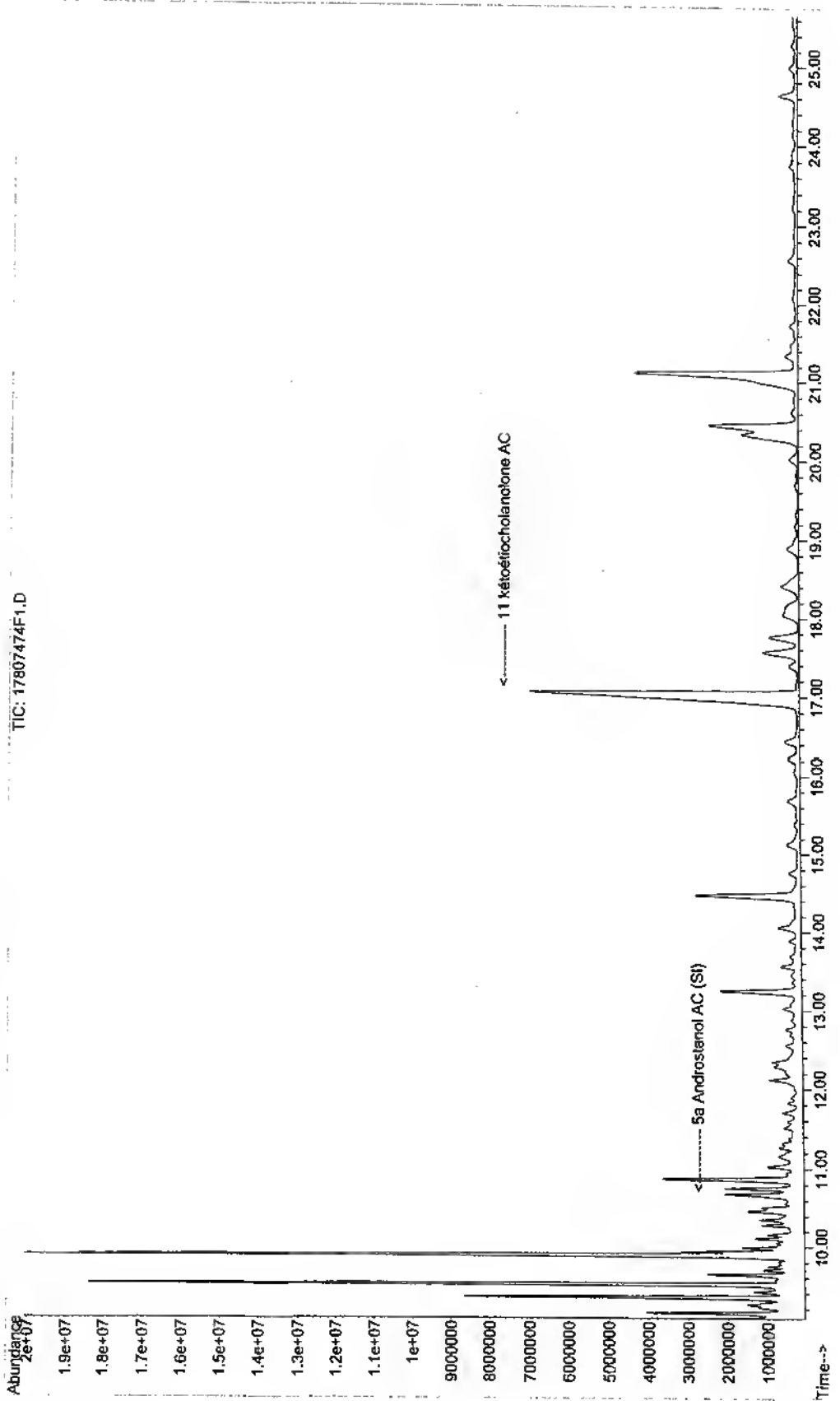
Data      Filename : DATA\_010      Folder : 230706  
            Date : 23/07/06      Time : 13:11:34  
            Comment : Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul;  
Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



File : D:\Msd22\Jul106\2307\17807474F1.D  
Operator : 49  
Acquired : 23 Jul 2006 12:42 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name: 178/07 995474 F1  
Misc Info : 178/07 995474 Fraction 1 dans 100µL  
Vial Number: 5



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_011  
 Folder : 230706  
 Sample Name : 178/07 995474 F1/50ul inj 1ul  
 Sample ID :  
 Sample Position : 6  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 13:56:22 Date : 23/07/06  
 Current Time : 12:23:08 Date : 24/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.557E-8	1.1780E-2	4.2530E-3
182.6	8.541E-8	1.1779E-2	4.2529E-3
242.7	8.559E-8	1.1779E-2	4.2528E-3
2423.5	8.570E-8	1.1780E-2	4.2528E-3
2483.5	8.477E-8	1.1779E-2	4.2526E-3
2533.5	8.552E-8	1.1779E-2	4.2525E-3

Std Dev Of Fit 4.6711E-7 1.1648E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	778.0	1.02E-8	5.1128E-8	1.1786E-2	4.1817E-3	-33.40	-55.27	-35.72	5
	867.0	4.02E-9	2.3358E-8	1.1807E-2	4.1997E-3	-31.64	-54.92	-31.57	6
	881.6	2.01E-9	1.9104E-8	1.1783E-2	4.2233E-3	-33.95	-54.82	-26.11	6
	1236.3	1.47E-9	1.4752E-8	1.1868E-2	4.2016E-3	-26.35	-53.09	-31.14	9
	1478.2	4.55E-9	5.1339E-8	1.1890E-2	4.1691E-3	-24.10	-51.64	-38.62	10
	1764.6	1.56E-9	1.7786E-8	1.1872E-2	4.1715E-3	-25.78	-49.65	-38.06	10
	1824.1	2.65E-9	2.5363E-8	1.1878E-2	4.1684E-3	-25.15	-49.23	-38.77	10

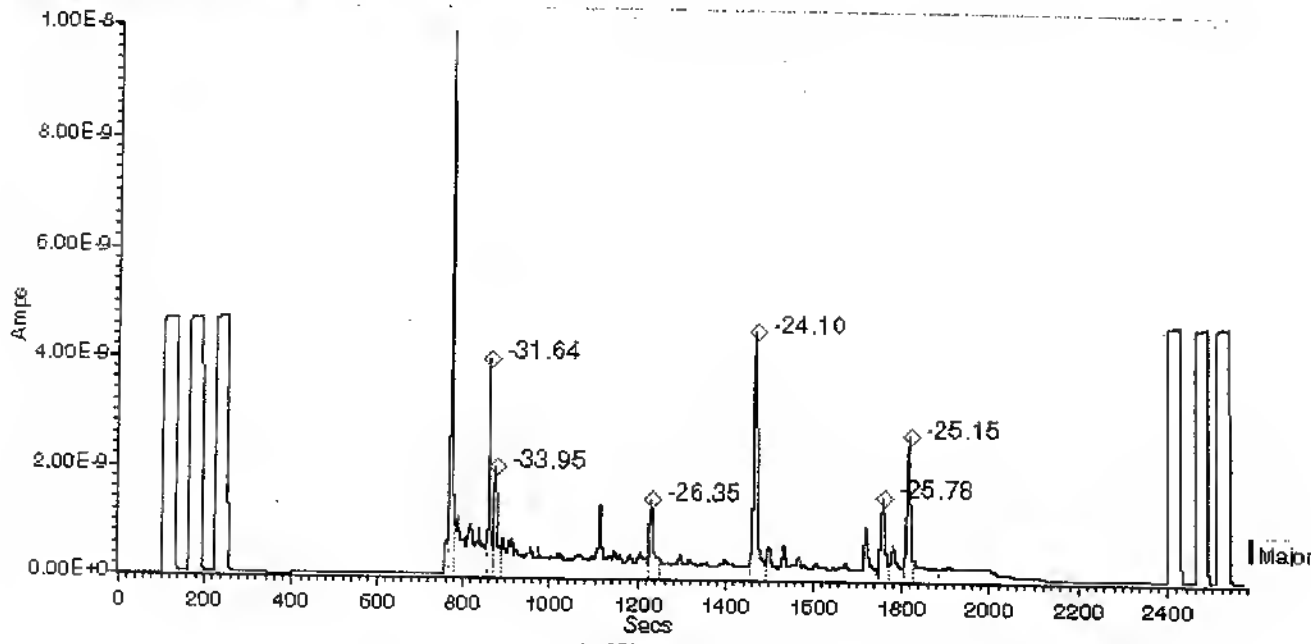
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

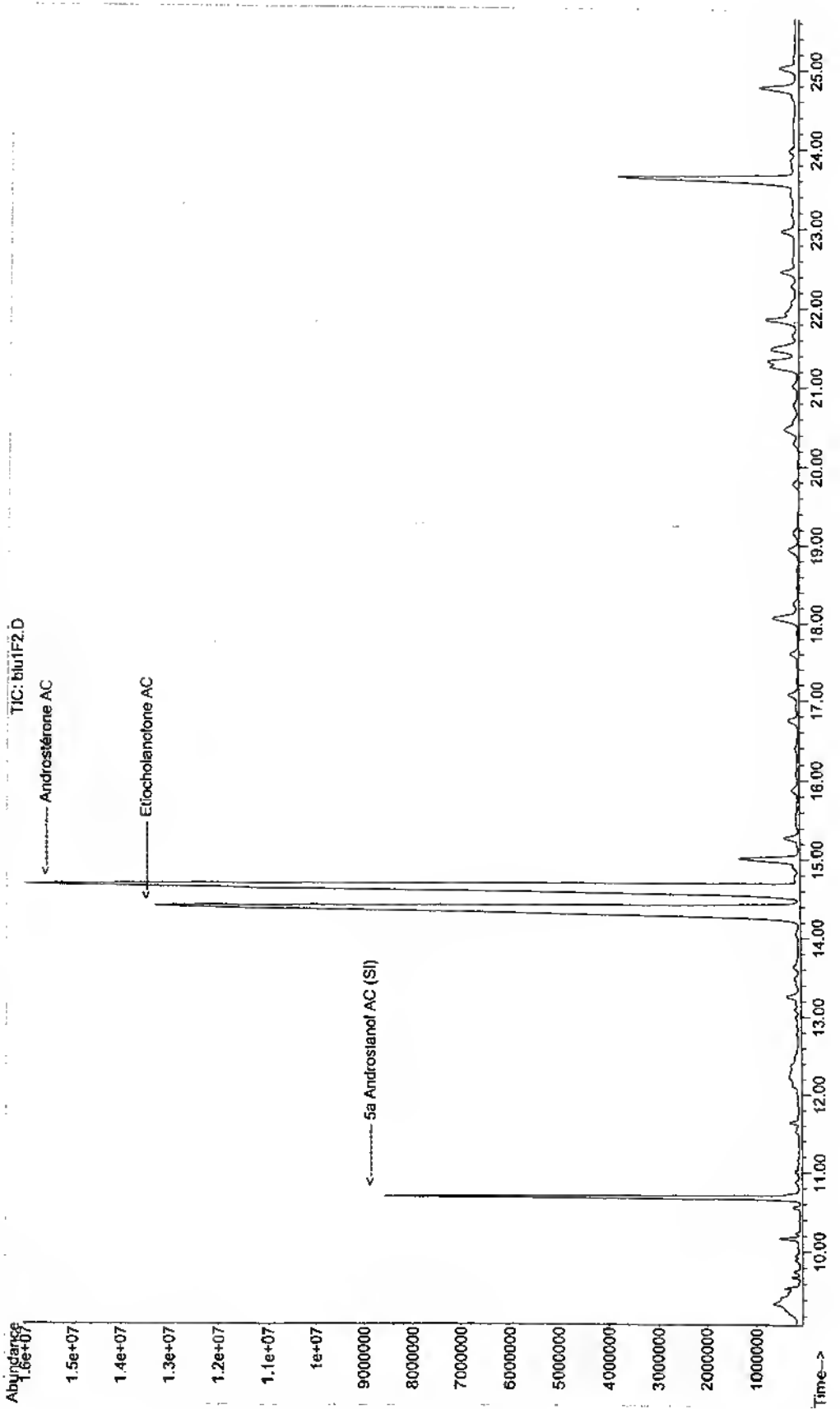
Data      Filename : DATA\_011      Folder : 230706  
            Date : 23/07/06      Time : 13:56:22  
            Comment : 178/07 995474 F1/50ul inj 1ul:  
Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



File : D:\Msd22\Juil06\2307\blu1F2.D  
Operator : 49  
Acquired : 23 Jul 2006 13:15 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name: Blu 1 F2  
Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400uL  
Vial Number: 6





Data Processing Results

Data File Name : DATA\_012  
 Folder : 230706  
 Sample Name : Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul  
 Sample ID :  
 Sample Position : 7  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 14:41:06 Date : 23/07/06  
 Current Time : 16:02:44 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.5	8.634E-8	1.1779E-2	4.2525E-3
182.6	8.646E-8	1.1779E-2	4.2529E-3
242.6	8.648E-8	1.1779E-2	4.2529E-3
2423.4	8.572E-8	1.1779E-2	4.2526E-3
2483.4	8.565E-8	1.1778E-2	4.2526E-3
2533.5	8.561E-8	1.1779E-2	4.2529E-3

Std Dev Of Fit                      2.0409E-7                      1.7605E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	868.0	2.74E-9	1.4334E-8	1.1823E-2	4.1667E-3	-29.94	-65.47	-39.17	21
	1231.7	4.52E-9	3.4691E-8	1.1876E-2	4.1668E-3	-25.34	-63.44	-39.15	21
	1257.2	5.33E-9	4.1709E-8	1.1880E-2	4.1670E-3	-24.98	-63.15	-39.11	21

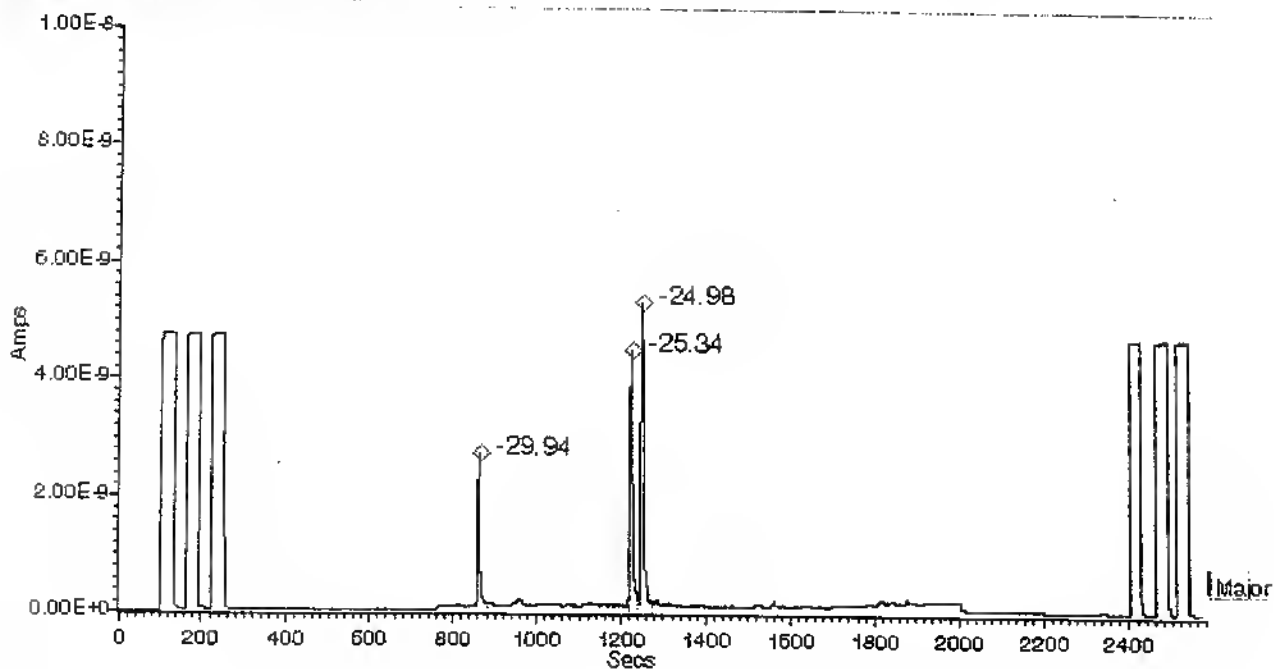
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

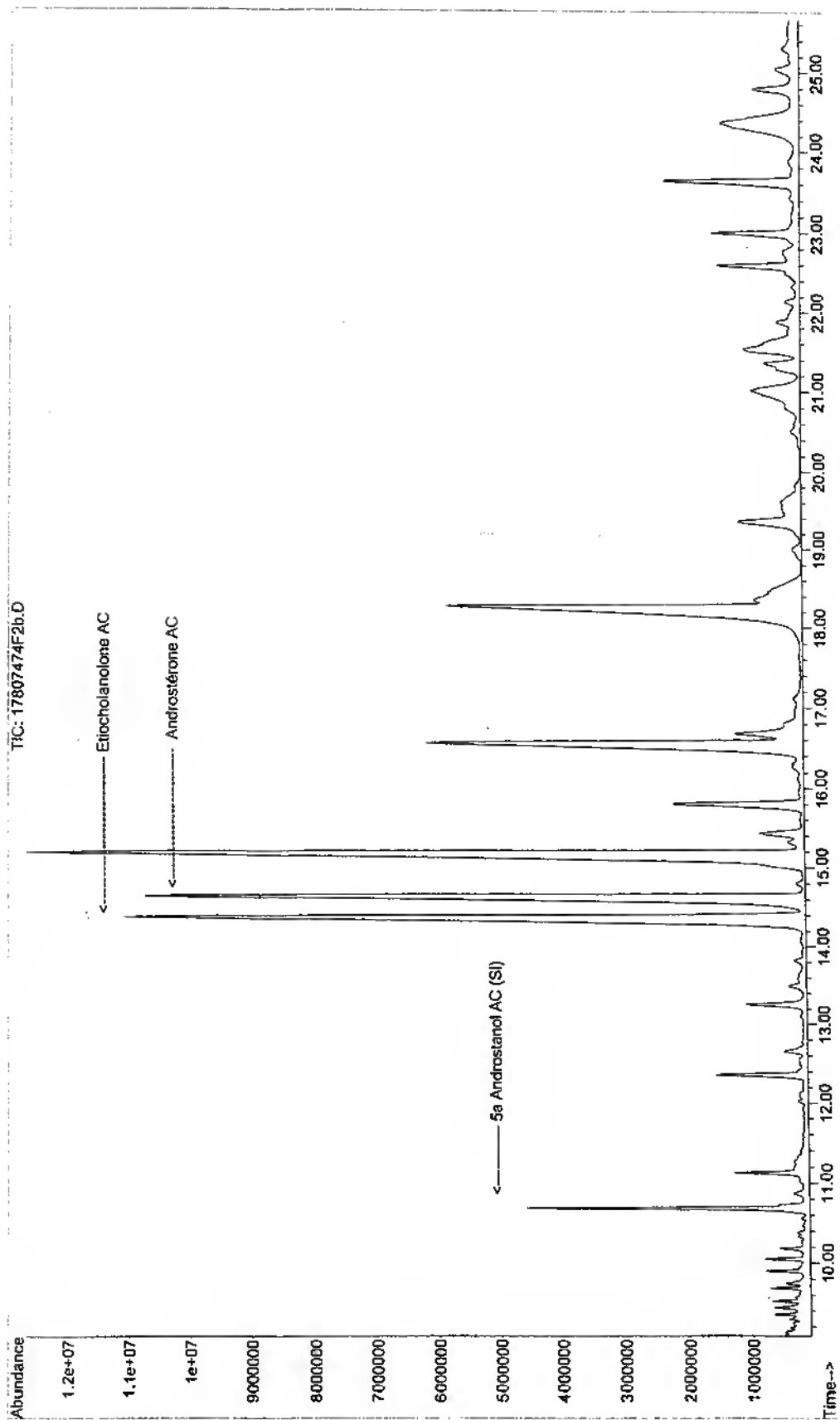
Data      Filename : DATA\_012      Folder : 230706  
            Date : 23/07/06      Time : 14:41:06  
            Comment : Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul :  
Parameters      Automatic DP Params

∨ Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



File : D:\msd22\Jul106\2307\17807474F2b.D  
Operator : 49  
Acquired : 23 Jul 2006 14:33 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name: 178/07 995474 F2  
Misc Info : 178/07 995474 Fraction 2 dans 400uL  
Vial Number: 7



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_013  
 Folder : 230706  
 Sample Name : 178/07 995474 F2/400ul inj 1ul  
 Sample ID :  
 Sample Position : 8  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 15:25:49 Date : 23/07/06  
 Current Time : 16:10:31 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.603E-8	1.1780E-2	4.2535E-3
182.6	8.588E-8	1.1779E-2	4.2537E-3
242.6	8.578E-8	1.1779E-2	4.2536E-3
2423.5	8.471E-8	1.1779E-2	4.2525E-3
2483.5	8.452E-8	1.1778E-2	4.2521E-3
2533.5	8.511E-8	1.1777E-2	4.2522E-3

Std Dev Of Fit 4.5694E-7 1.4227E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
866.0	2.17E-9	9.6593E-9	1.1822E-2	4.1703E-3	-30.07	-63.69	-38.44	18
1229.7	3.95E-9	3.1256E-8	1.1863E-2	4.1661E-3	-26.43	-60.89	-39.38	18
1254.3	3.39E-9	2.5932E-8	1.1849E-2	4.1704E-3	-27.71	-60.19	-38.39	18
1288.3	3.55E-9	2.9815E-8	1.1797E-2	4.1768E-3	-32.28	-59.25	-36.88	17

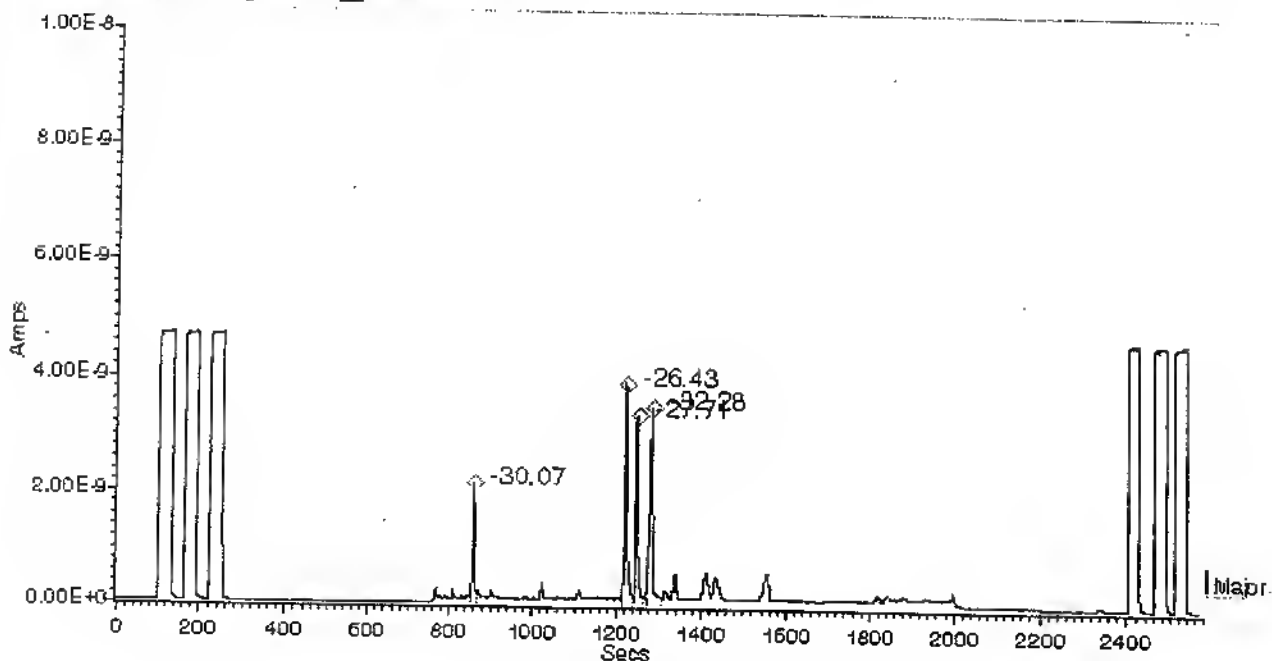
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

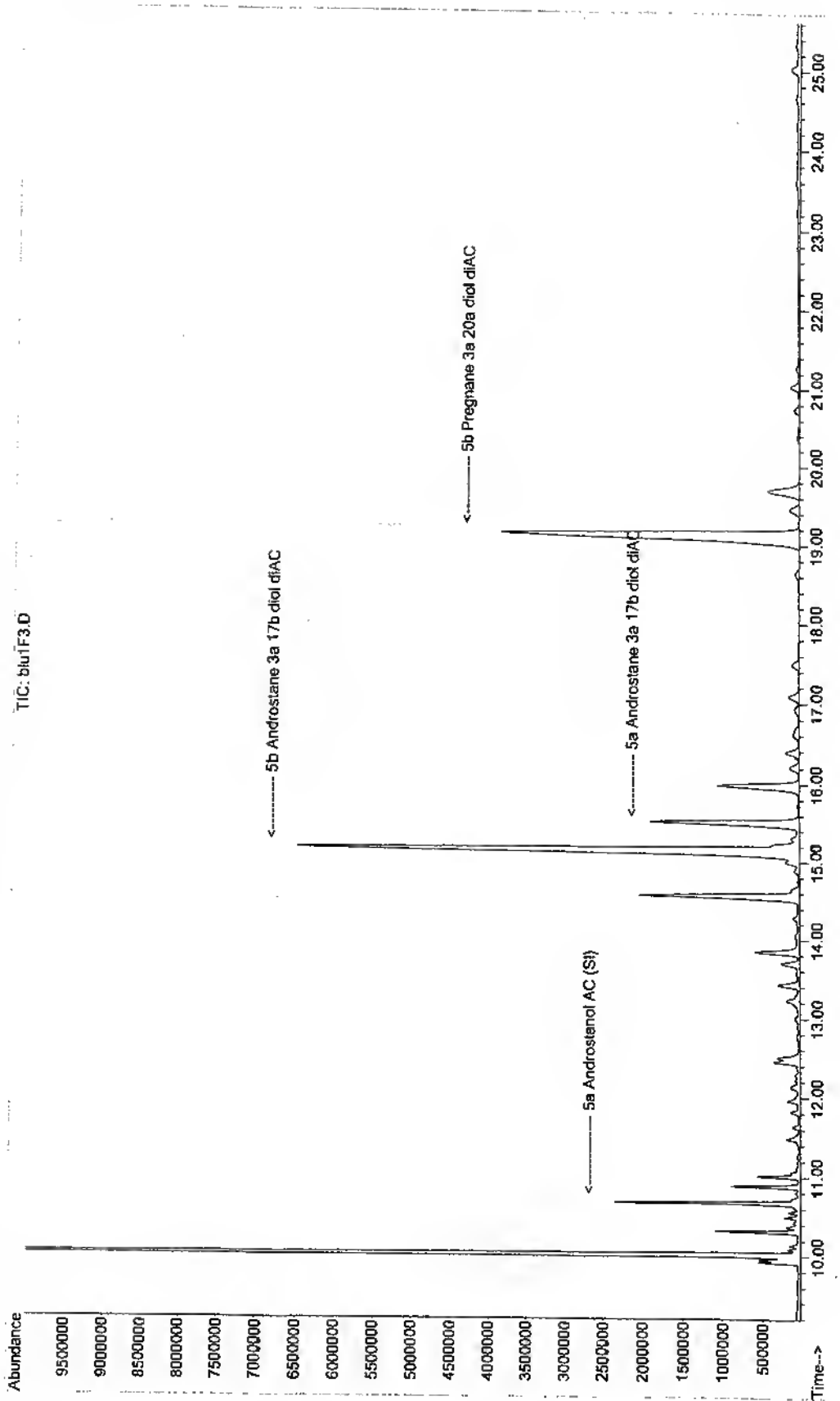
Data      Filename: DATA\_013      Folder : 230706  
            Date : 23/07/06            Time : 15:25:49  
            Comment : 178/07 995474 F2/400ul inj 1ul  
Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



File : D:\Msd22\Juil106\2307\blu1F3.D  
Operator : 49  
Acquired : 23 Jul 2006 11:00 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name: Blu 1 F3  
Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL  
Vial Number: 2



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_008  
 Folder : 230706  
 Sample Name : Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul  
 Sample ID :  
 Sample Position : 3  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 11:40:11 Date : 23/07/06  
 Current Time : 12:28:05 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.660E-8	1.1780E-2	4.2525E-3
182.6	8.668E-8	1.1781E-2	4.2527E-3
242.6	8.673E-8	1.1781E-2	4.2531E-3
2423.5	8.560E-8	1.1783E-2	4.2534E-3
2483.5	8.558E-8	1.1782E-2	4.2529E-3
2533.5	8.621E-8	1.1782E-2	4.2533E-3

Std Dev Of Fit                      5.9183E-7                      2.6505E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
798.5	2.00E-8	1.2123E-7	1.1616E-2	4.4640E-3	-50.60	-61.70	29.47	9
867.4	6.17E-9	3.4892E-8	1.1822E-2	4.2211E-3	-30.66	-62.20	-26.65	11
1244.7	2.49E-9	2.1148E-8	1.1848E-2	4.1951E-3	-28.25	-63.83	-32.67	18
1306.2	7.10E-9	6.5412E-8	1.1854E-2	4.1696E-3	-27.54	-63.93	-38.55	19
1336.6	2.32E-9	1.8245E-8	1.1845E-2	4.1806E-3	-28.40	-63.99	-36.03	19
1375.6	1.42E-9	1.2239E-8	1.1852E-2	4.1854E-3	-27.78	-64.02	-34.91	19
1651.5	3.59E-9	3.9165E-8	1.1864E-2	4.1692E-3	-26.65	-63.59	-38.67	20

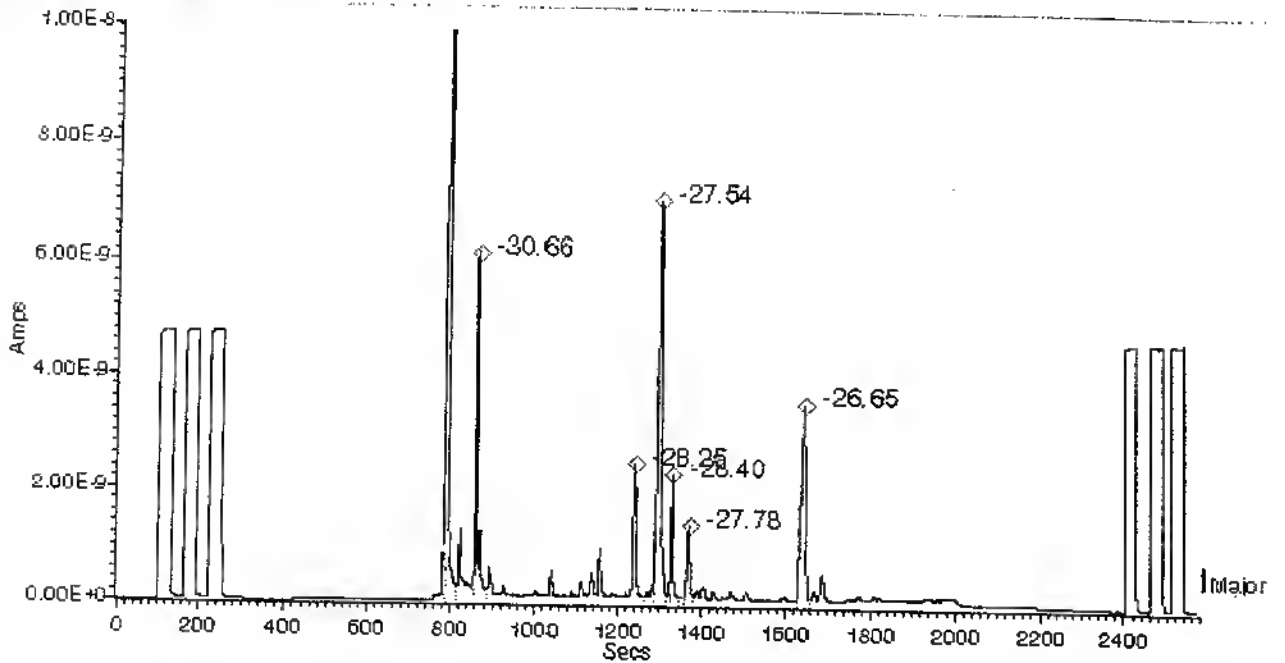
DP **Optima GC 1.67-2 - Manual DP**

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data           Filename: DATA\_008           Folder : 230706  
                  Date : 23/07/06           Time : 11:40:11  
                  Comment : Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ut:  
Parameters     Automatic DP Params

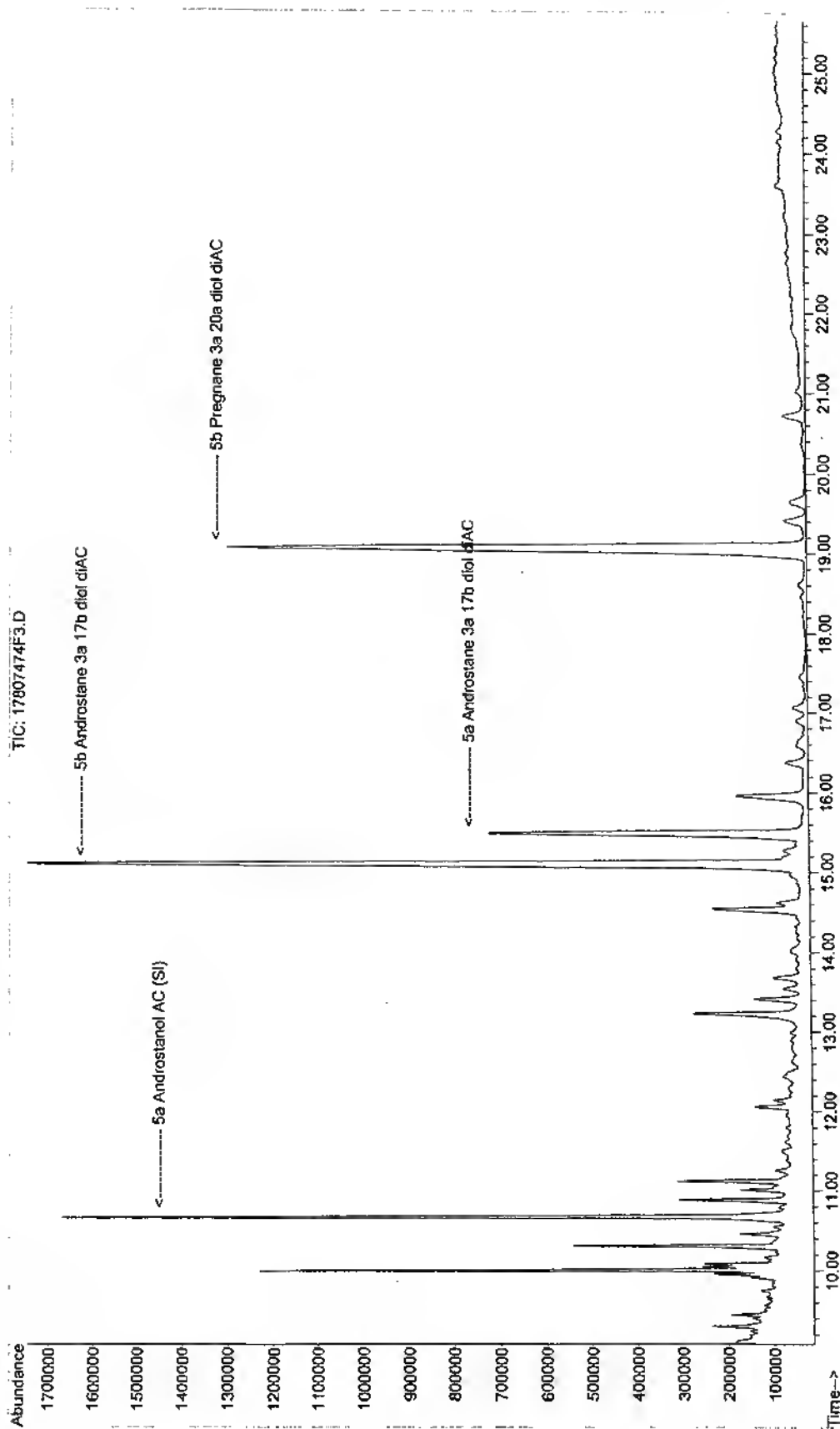
**Data Processing Main Graph**

Graph Cursor Lines Window





File : D:\Msd22\Jul106\2307\17807474F3.D  
Operator : 49  
Acquired : 23 Jul 2006 11:33 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name : 178/07 995474 F3  
Misc Info : 178/07 995474 Fraction 3 dans 400uL  
Vial Number: 3



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_009  
 Folder : 230706  
 Sample Name : 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul  
 Sample ID :  
 Sample Position : 4  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 12:24:59 Date : 23/07/06  
 Current Time : 16:08:12 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data  
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.494E-8	1.1782E-2	4.2529E-3
182.6	8.494E-8	1.1782E-2	4.2530E-3
242.6	8.494E-8	1.1781E-2	4.2527E-3
2423.5	8.443E-8	1.1780E-2	4.2518E-3
2483.5	8.453E-8	1.1779E-2	4.2517E-3
2533.5	8.566E-8	1.1779E-2	4.2520E-3

Std Dev Of Fit 5.6232E-7 1.7469E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	795.1	5.07E-9	2.5669E-8	1.1880E-2	4.2100E-3	-25.45	-55.46	-29.16	5
	827.1	2.21E-9	1.0385E-8	1.1883E-2	4.2270E-3	-25.34	-55.50	-25.22	6
	867.4	6.75E-9	3.0380E-8	1.1826E-2	4.1857E-3	-30.05	-55.38	-34.74	7
	1304.7	5.53E-9	4.6362E-8	1.1838E-2	4.1673E-3	-28.82	-53.62	-38.95	11
	1337.2	2.59E-9	2.1591E-8	1.1800E-2	4.1700E-3	-32.12	-53.42	-38.31	12
	1652.0	3.25E-9	3.7635E-8	1.1862E-2	4.1682E-3	-26.61	-51.12	-38.72	12

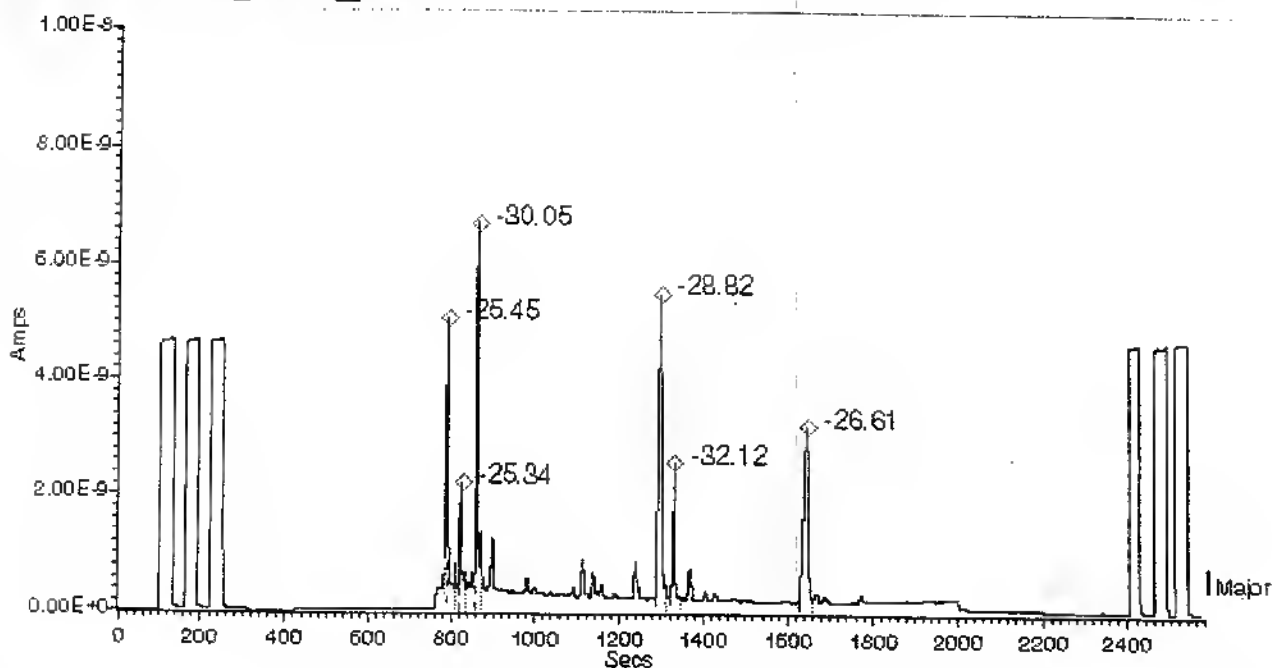
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename : DATA\_009      Folder : 230706  
            Date : 23/07/06      Time : 12:24:59  
            Comment : 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul;  
Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification E-CC-10 Version C Date 09/05/2006 1/2
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION GG/C/IRMS</b>		

Numéro d'échantillon : ..... 178107 ..... 995474 .....

Numéro d'identification de l'appareil : ..... 150711E1 .....

Instruction de confirmation : ..... I. CONF. 3.1 .....

**1. Tone**

Spécification : plateau du peak Centre  $\geq 10$  V

Tone conforme : oui  non

**2. Stabilité de l'instrument**

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1  $\leq 0.5$  %

Stabilité conforme : oui  non

**3. Précision de l'instrument**

Code de la solution Mix Cal IRMS: ..... 003 .....

Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-31.81	-31.46	-32.07	-31.67
Ecart-type	0.12	0.19	0.10	0.13

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes  $\leq 0.5$  %

Précision conforme : oui  non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-CC-10 Version: C Date: 09/05/2006 2/2
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS</b>		

**4. Calibration de l'instrument**

Code de la solution Mix Cal Acétate: .....003.....

**Valeurs obtenues (%):**

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Data 007	-30,59	-20,91	-33,70	-16,69
Data 14	-30,56	-20,42	-33,90	-16,76

**Intervalle de valeurs acceptables:**

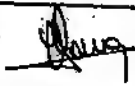

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes :      oui       non

**Résultats : CONFORME / NON CONFORME**  
Rayer la mention inutile

Observations:

**Validation**

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
24/07/06	49 	24/07/06	19 

*Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné  
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.*

Optima GC 1.67-2

Inlet Mass Spec Scan Tests Analysis User Program Config Help

Current Mass: 45.00 Date: 23/07/06 Time: 09:26:57

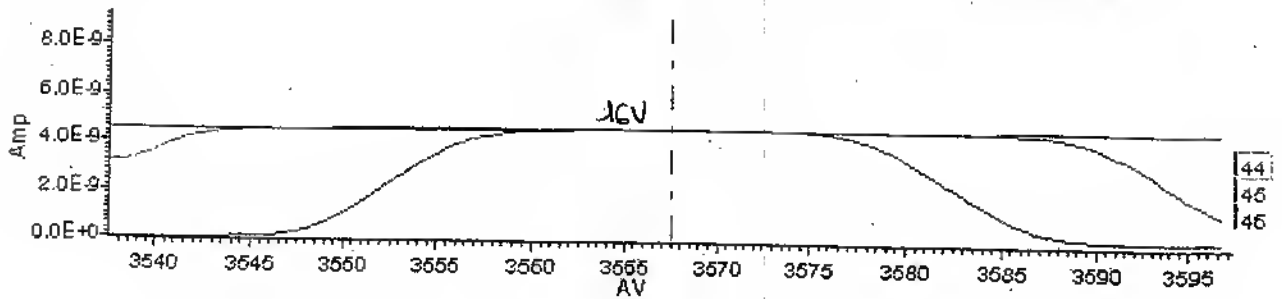
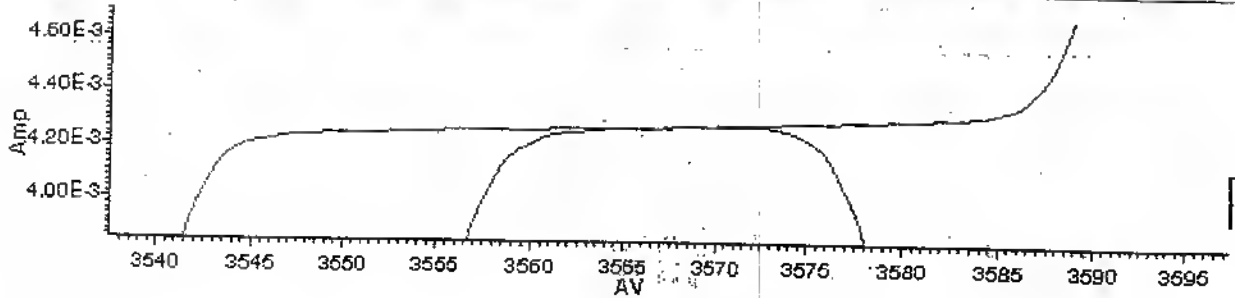
Mass-44 = 4.6584E-9 A  
Mass-45 = 5.4856E-11 A  
Mass-46 = 1.9935E-11 A

FID = 0.09410 V

Size status = 0  
Penning = 5.2E-6 mBar  
Piran = 1.4E-2 mBar  
Turbo speed = 1.0E+2 mBar

Scan Display Window

Graph Cursor Lines Window Scan



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_003  
 Folder : 230706  
 Sample Name : stabilite 3  
 Sample ID :  
 Sample Position : 3  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : CO2-STAB  
 Batch Name : 230706  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 09:50:48 Date : 23/07/06  
 Current Time : 10:01:52 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.5	8.459E-8	1.1780E-2	4.2498E-3
102.5	8.466E-8	1.1780E-2	4.2496E-3
162.5	8.456E-8	1.1780E-2	4.2494E-3
222.6	8.442E-8	1.1780E-2	4.2494E-3
282.6	8.499E-8	1.1779E-2	4.2495E-3
342.6	8.562E-8	1.1779E-2	4.2498E-3
402.6	8.627E-8	1.1779E-2	4.2500E-3
462.7	8.632E-8	1.1780E-2	4.2503E-3
522.7	8.640E-8	1.1780E-2	4.2506E-3
582.7	8.618E-8	1.1780E-2	4.2511E-3

Std Dev Of Fit 5.2114E-7 3.2526E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2  
 Time Height Area 2/1 3/1 dC13Pk dO18Pk

---

Data Processing Results

Data File Name : DATA\_004  
 Folder : 230706  
 Sample Name : Mix cal IRMS 003-1  
 Sample ID :  
 Sample Position : 1  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-38  
 Batch Name : 230706  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 10:01:53 Date : 23/07/06  
 Current Time : 10:17:37 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data  
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.584E-8	1.1782E-2	4.2517E-3
102.5	8.610E-8	1.1781E-2	4.2518E-3
742.8	8.466E-8	1.1781E-2	4.2505E-3
802.8	8.551E-8	1.1780E-2	4.2508E-3

Std Dev Of Fit 1.4024E-7 2.0412E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
190.1	5.97E-9	1.5080E-8	1.1797E-2	4.1720E-3	-32.52	-37.68
255.7	4.55E-9	1.5439E-8	1.1844E-2	4.1833E-3	-28.45	-35.04
347.0	4.99E-9	1.5465E-8	1.1803E-2	4.1717E-3	-31.96	-37.68
533.3	4.58E-9	1.4792E-8	1.1806E-2	4.1565E-3	-31.51	-41.13



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_005  
 Folder : 230706  
 Sample Name : Mix cal IRMS 003-2  
 Sample ID :  
 Sample Position : 1  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-38  
 Batch Name : 230706  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 10:17:39 Date : 23/07/06  
 Current Time : 10:48:38 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.531E-8	1.1780E-2	4.2517E-3
102.6	8.503E-8	1.1781E-2	4.2516E-3
742.8	8.519E-8	1.1781E-2	4.2515E-3
802.9	8.535E-8	1.1781E-2	4.2517E-3

Std Dev Of Fit 1.1951E-7 1.2352E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
190.1	4.41E-9	1.0634E-8	1.1793E-2	4.1708E-3	-32.74	-37.95
256.0	3.29E-9	9.8960E-9	1.1845E-2	4.1762E-3	-28.28	-36.73
346.7	3.56E-9	1.0850E-8	1.1801E-2	4.1747E-3	-32.13	-37.07
532.7	2.94E-9	9.9025E-9	1.1804E-2	4.1652E-3	-31.76	-39.26

Data Processing Results

Data File Name : DATA\_006  
 Folder : 230706  
 Sample Name : Mix cal IRMS 003-3  
 Sample ID :  
 Sample Position : 1  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-38  
 Batch Name : 230706  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 10:33:24 Date : 23/07/06  
 Current Time : 10:49:07 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.547E-8	1.1781E-2	4.2518E-3
102.5	8.560E-8	1.1781E-2	4.2520E-3
742.8	8.464E-8	1.1781E-2	4.2511E-3
802.9	8.481E-8	1.1780E-2	4.2510E-3

Std Dev Of Fit 4.0299E-7 1.5020E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
190.1	5.78E-9	1.4231E-8	1.1796E-2	4.1698E-3	-32.56	-38.23
255.2	4.35E-9	1.4943E-8	1.1842E-2	4.1838E-3	-28.65	-34.98
346.5	4.74E-9	1.4336E-8	1.1803E-2	4.1712E-3	-31.95	-37.86
533.2	4.26E-9	1.3575E-8	1.1806E-2	4.1602E-3	-31.59	-40.36

Data Processing Results

Data File Name : DATA\_007  
 Folder : 230706  
 Sample Name : Mix cal Acetate 001A-100ng inj  
 Sample ID :  
 Sample Position : 2  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 10:53:36 Date : 23/07/06  
 Current Time : 11:39:17 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.5	8.609E-8	1.1781E-2	4.2521E-3
182.6	8.616E-8	1.1781E-2	4.2522E-3
242.6	8.618E-8	1.1781E-2	4.2523E-3
2423.4	8.509E-8	1.1781E-2	4.2519E-3
2483.5	8.465E-8	1.1781E-2	4.2516E-3
2533.4	8.528E-8	1.1780E-2	4.2520E-3

Std Dev Of Fit 1.7125E-7 1.7134E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
866.6	4.79E-9	2.0679E-8	1.1821E-2	4.1654E-3	-30.29	-68.47	-39.32	24
1229.8	4.79E-9	3.7785E-8	1.1938E-2	4.1666E-3	-20.01	-66.70	-39.05	24
1302.2	3.63E-9	2.8202E-8	1.1782E-2	4.1663E-3	-33.70	-66.54	-39.08	24
1473.8	3.17E-9	3.2254E-8	1.1976E-2	4.1665E-3	-16.69	-66.30	-39.06	24

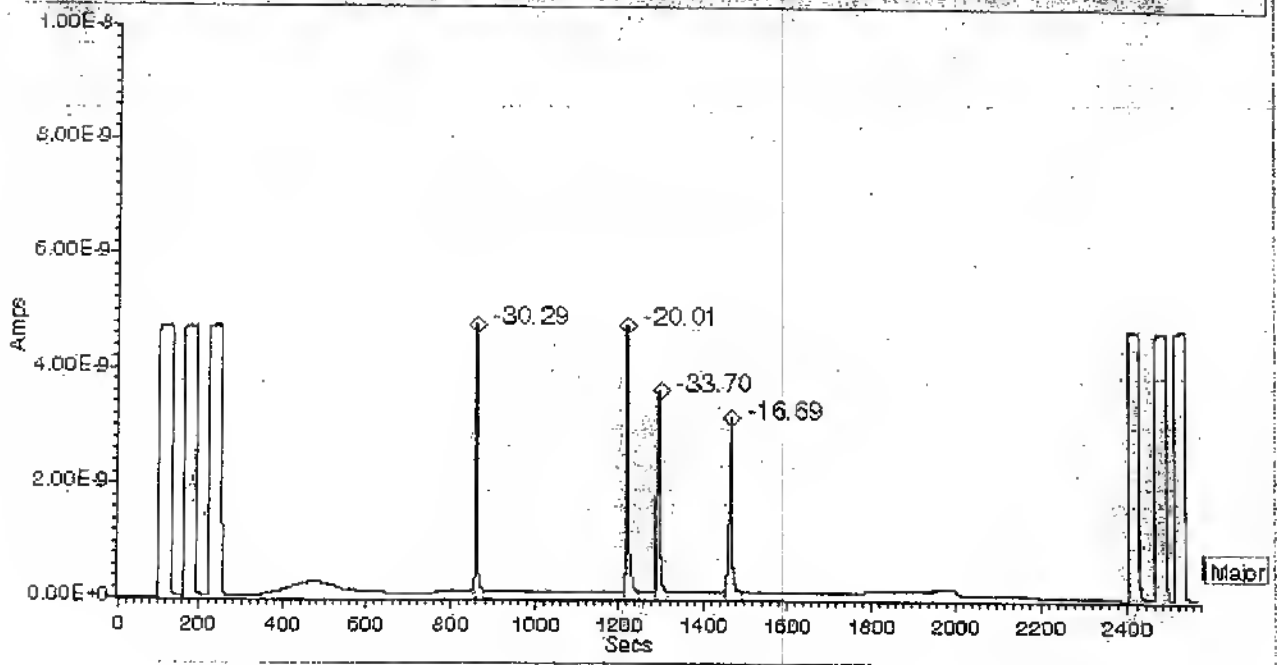
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename: DATA\_007      Folder: 230706  
            Date: 23/07/06      Time: 10:53:36  
            Comment: Mix cal Acetate.001A-100ng.inj  
Parameters      Automatic OP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_014  
 Folder : 230706  
 Sample Name : Mix Cal Acetate 001A-2  
 Sample ID :  
 Sample Position : 2  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name : 230706  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 20:39:04 Date : 23/07/06  
 Current Time : 14:24:44 Date : 24/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.663E-8	1.1777E-2	4.2533E-3
182.6	8.686E-8	1.1778E-2	4.2533E-3
242.6	8.696E-8	1.1777E-2	4.2538E-3
2423.5	8.634E-8	1.1776E-2	4.2523E-3
2483.5	8.613E-8	1.1776E-2	4.2525E-3
2533.4	8.650E-8	1.1776E-2	4.2530E-3

Std Dev Of Fit 2.3526E-7 3.3647E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
866.6	4.03E-9	1.7744E-8	1.1814E-2	4.1663E-3	-30.56	-69.16	-39.38	24
1228.5	4.07E-9	2.9964E-8	1.1932E-2	4.1684E-3	-20.22	-65.52	-38.89	24
1301.0	3.09E-9	2.3587E-8	1.1776E-2	4.1712E-3	-33.90	-65.65	-38.19	24
1471.6	2.60E-9	2.6828E-8	1.1972E-2	4.1715E-3	-16.76	-67.09	-38.15	24

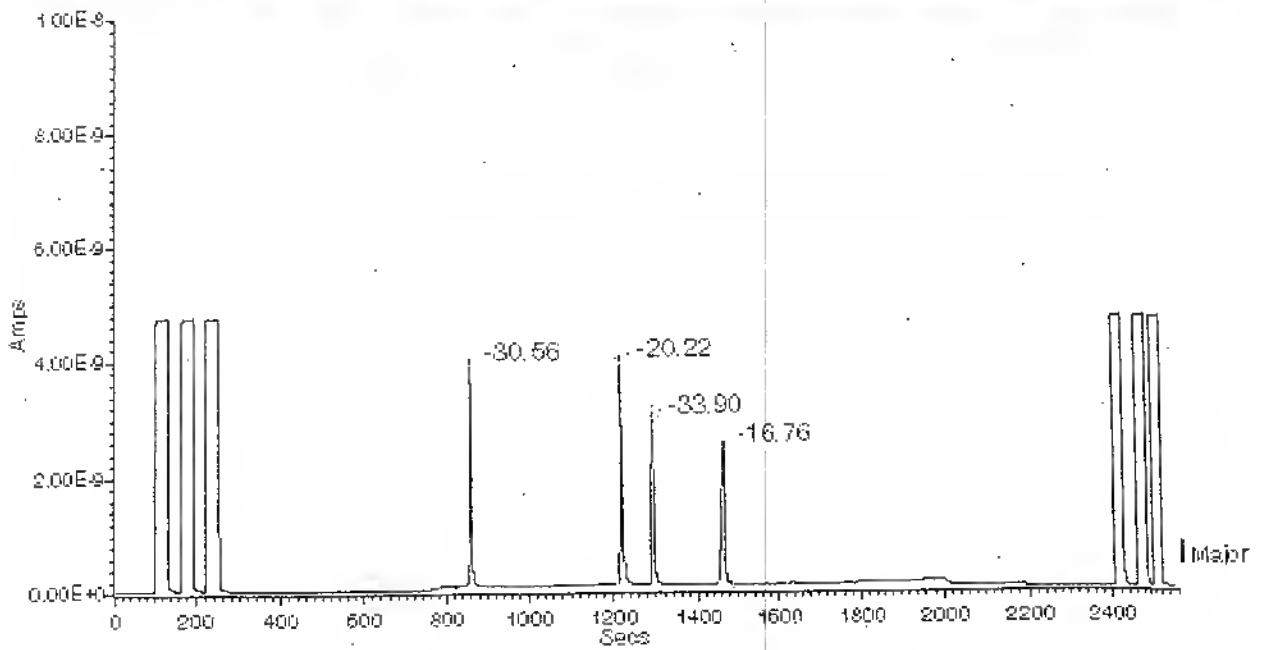
Optima GC 167-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename : DATA\_014      Folder : 230706  
            Date : 23/07/06              Time : 20:39:04  
            Comment : Mix Cal Acetate 001A-2 : 230706  
Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



<b>LNDD</b>	<b>ENREGISTREMENT</b>	Codification : E-FCR-06 Version : E Date : 24/11/05 Page : 1/2
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS</b>		

Echantillon : 178/07 995474      Instrument : GC/C/IRMS Isoprime I  
 Répertoire : 230706      CO et paraphe: 49   
 Valeur isotopique du réactif de dérivation: -53

**Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)**

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	Data_010	Data_010	Data_011	Data_011
tr (s)	867	1474	867	1478
trr	-	1.700	-	1.705
Intensité (nA)	3.7	3.3	4.0	4.6
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30.80	-24.55	-31.64	-24.10
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-21.56	-	-21.06

**Fraction F2 (Kétos)**

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	Data_012	Data_012	Data_012	Data_013	Data_013	Data_013
tr (s)	868	1232	1257	866	1230	1254
trr	-	1.419	1.448	-	1.420	1.448
Intensité (nA)	2.7	4.5	5.3	2.2	4.0	3.4
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-29.94	-25.34	-24.98	-30.07	-26.43	-27.71
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-22.43	-22.03	-	-23.63	-25.05

**Fraction F3 (Diols)**

	Blanc urinaire			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	Data_008	Data_008	Data_008	Data_008
tr (s)	867	1306	1337	1652
trr	-	1.506	1.541	1.904
Intensité (nA)	6.2	7.1	2.3	3.6
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30.66	-27.54	-28.40	-26.65
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-22.18	-23.22	-21.63

	Echantillon			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	Data_009	Data_009	Data_009	Data_009
tr (s)	867	1305	1337	1652
trr	-	1.504	1.542	1.905
Intensité (nA)	6.8	5.5	2.6	3.3
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30.05	-28.82	-32.12	-26.61
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-23.73	-27.72	-21.58

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : E
		Date : 24/11/05
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17.58	-26.27	✓	
Etio	-19.56	-26.10	×	
Andro	-18.43	-25.02		×
5 $\beta$ Adiol	-18.55	-26.97	×	
5 $\alpha$ Adiol	-18.59	-27.40		×
5 $\beta$ Pdiol	-18.25	-25.55	✓	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0.87	-1.78	-2.58	-3.38
Andro - 11 Kétoétio	-0.48	-3.19	-3.99	-4.79
5 $\beta$ Adiol - 5 $\beta$ Pdiol	-0.55	-1.35	-2.15	-2.95
5 $\alpha$ Adiol - 5 $\beta$ Pdiol	-1.59	-5.34	-6.14	-6.94

Seuil de positivité de l'AMA:  $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$

$\delta^{13}\text{C}$  du composé  $< -28 \text{‰}$ .

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8‰

### Conclusion

L'analyse de l'échantillon par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC31) indique une origine exogène des métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99‰ et 6.14‰, respectivement pour les métabolites androstérone et 5 $\alpha$  androstanediol.

Partie à remplir par le responsable

Paraphe du responsable:

CB

Observations:

USADA 0186

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

175



USADA 0187

Châtenay-Malabry, le 25 juillet 2006

28423

**RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1**

*Votre demande d'analyses conventionnelles*

**Prélèvement(s) du Dr BORDABERRY**

Sport : Cyclisme (UCI)  
Épreuve et lieu : TDF 2006 : 17<sup>ème</sup> étape à Morzine  
Date : 20/07/2006

**Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :**

Date : 20/07/2006  
Type de matériel : Berlinger  
Nombre d'échantillon(s) : 1 (sur 3 échantillons reçus)  
Référence de(s) l'échantillon(s) : 178/07\_995474

*Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA/réglementation nationale : Contrôle en compétition)*

Date de début des analyses : 21/07/2006

**Méthodes de dépistage utilisées** : chromatographies gazeuse (ES02, ES02C\*, ES04, ES05\*) et liquide (ES03, ES03B\*) couplées ou non à la spectrométrie de masse, immunochimie (ES06) et colorimétrie (ES08B\*).

**Conclusions :** (pH = 5.2      d = 1.025 +/- 0.002)

**T/E estimé à 11.4** (variation maximale admissible = 30%)

Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.4 ng/mL  
(Variation maximale admissible = 20 %)

Concentration d'Épitéstostérone estimée après correction par la densité à 3.9 ng/mL  
(Variation maximale admissible = 30 %)

**Rapport supérieur au seuil de 4**

\* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1 / 2

**RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1 (SUITE)**

**Conclusions (Suite) :**

**L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.**

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99 ‰ et 6.14 ‰, respectivement pour les métabolites Androstérone et 5 $\alpha$ -Androstanediol.

**Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA :**

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)

**Dépistage :** Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (ES04)

**Confirmation :** Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (EC24D) et spectrométrie de masse de rapport isotopique GC-IRMS (EC31)

**NB :** Autres essais (ES02, ES02C\*, ES03, ES03B\*, ES05\*, ES06 et ES08B\*) : Recherche de substances dopantes négative

J. de CEAURRIZ  
Directeur

**Destinataires :**

- Union Cycliste Internationale – C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)
- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique – 75700 PARIS)

**Pour information :**

- J. SOUBLIERE : WADA (fax n°00.1.514.904.18.00)
- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète – 33700 MERIGNAC)

\* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

2 / 2



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-Remisconf-01 Version: B Date: 15/01/2004 1/1
FICHE DE REMIS - Confirmation		

Date de la première préparation :	220706
Répertoire de la première analyse :	MSD 20 / juil / 06 / 2707 / 17807674
Numéro de série :	178107
Numéro échantillon :	995474
Produit confirmé :	TIE
Type d'analyse :	Quali - <u>Semi quanti</u> - Quanti - EPO (*)
Remis le :	230706

(\*) Entourer la mention correspondante à la confirmation effectuée

Cause : SI faibles dans l'aliquote échantillon hydrolysé, lie à l'inhibiteur de dérivaison observé au screening ?

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier d'analyse de la série.

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-CONF-01
		Date : 09/06/2006 1/3
LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE		ASSURANCE QUALITE LNDD
<b>SPECIMEN</b>		

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extractioo	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Méthylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de l'Amphétamine et de la Méthylamphétamine	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA : Cafeine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quantit éphédrines	EC13B	I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quantit Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA : Ephedrine	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA	EC14A	I-CONF-14A	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Stupéfiants (*)	EC09A	I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étiléfrine	EC09C	I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étiléfrine	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorpnone	EC09D	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25	M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Quali morphine	EC27A	I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Quantit morphine	EC27B	I-CONF-27B	M-EX-20	M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE	EC10A	I-CONF-10A	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE à bas seuil	EC10E	I-CONF-10E	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clenbuterol	EC18D	I-CONF-18D	M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Trappe (MS3)

<b>LNDD</b>	<b>ENREGISTREMENT (LISTE)</b>	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006
-------------	-----------------------------------	---

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

2/3  
**CONFIDENTIEL**

**SPECIMEN**

Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)
Epioxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
Zeranol et Talaranol (α et β Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)
Quant 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Quant 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Semi Quant T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)
β-Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI
Analyse C12/C13 des métabolites de la testostérone	EC3I	I-CONF-3I	M-EX-24	M-AN-52 M-AN-41	GC/MS (SCAN) GC/C/IRMS
Terbutaline	EC18B	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Reproterol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol	BC18B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol en MS2	EC18E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)
Quant Salbutamol >500ng/mL	EC18G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)
EPO	ES07	I-CONF-07	M-EX-28 / 28B	M-AN-43	Immuno-détection
HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques : LH - β-hCG	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	- Immunofluorescence quantitative - Immuno-chromatographie qualitative
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN)
Diurétiques *	EC28A	I-CONF-28A	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Diurétiques *	EC28B	I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ESI
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI

<b>LNDD</b>	<b>ENREGISTREMENT (LISTE)</b>	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 3/3
<b>LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE SPECIMEN</b>		

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

\* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

**CONFIDENTIEL**

**EVOLUTIONS**

Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
B	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confirmation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et beta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Methylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006



LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 1 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

**SPECIMEN**

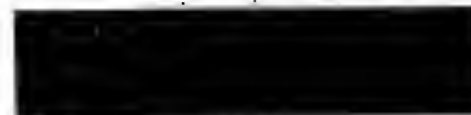
Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés.

Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'éther	Hydrolyse	Extraction - évaporation - dérivation
	<i>étapes en gris clair</i>	<i>étapes en trait épais</i>	<i>étapes en trait normal</i>
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations



Prise d'essai = 2 mL

Ajouter 50µL de SI

Matériel

Tube à vis (13\*100)  
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Dispensette  
Rolling

Centrifugeuse 4000tr/min

Pipette Pasteur  
Poire de prélèvement

Bain à sec

Becher

Tube échantillon Gilson (12.5\*100)  
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Pipette à poussée positive  
Cône eppendorf

Réactifs et produits

**CONFIDENTIEL**

Diethylether (S06)

**APPLICABLE le**

**01 DEC. 2005**

Azote

**ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD**

17αMethyltestosterone  
(SI3-) à 4mg/L

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 2 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

Ajouter la (ou les ) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	<b>SPECIMEN</b>
Ajuster à pH =7	Papier pH 0-14 Vortex	Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH
Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5	Pipette Biohit 1-5mL, cône	Tampon pH=6.5 à +4°C (cf M-P-05)
Agiter	Vortex	
Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser	Compte gouttes	betaglucuronidase à +4°C ( b-glu)
Boucher et agiter 1 sec	Vortex	
Hydrolyser 60 min à 55°C	Etuve	
Centrifuger 5 min	Centrifugeuse 4000tr/min	
Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)	Gilson Cartouche SPE C18 Tube recueil Gilson (12.5* 100)	<b>CONFIDENTIEL</b>
Transvaser les éluats	Tube à vis (13*100)	
Evaporer environ 30 min	Bain à sec à 60°C, soufflettes	Azote
Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H	Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL	Réactif H2 (cf M-P-03B)
Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A	Vial plastique	

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX-04B Version : E Date :01/12/2005 3 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

révisé par	Personne responsable	Date	
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	<i>Cerpolini</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	<i>Mechin</i>
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	<i>Laurent</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	01/12/2005	<i>De Ceaurriz</i>

VOIE URINAIRE

N° Version	Motif	Date
B	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote échantillon ...	01/12/2005

**SPECIMEN**

**CONFIDENTIEL**

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX-11
		Version : A Date : 14/02/2005 1 / 2
<b>EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO</b>		

Documents cités : I-M-01, I-N-35

Matériel utilisé : ASPEC XL4  
Méthode : Anabo  
Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : environ 23 min  
Type de cartouches utilisées : Boad Elut C18 200 mg 3 mL

### 1. Disposition des solvants

Réservoirs : Eau ultrapure

Voie A : Méthanol

Voie B : Hexane

Voie C : Tert-butyl<sup>Ethyl</sup> méthyl<sup>oxyde</sup> (TBME)

Voie D : Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v)

SPECIMEN

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

### 2. Préparation des solvants

Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) :

- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.
- Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.
- Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.
- Boucher et agiter manuellement.
- Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

CONFIDENTIEL

### 3. Lancement de la séquence d'analyse

Effectuer les primes et les purges selon I-M-01.  
Lancer l'extraction selon I-N-35.

### 4. Résumé de la méthode d'extraction

Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 mL	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	8
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage	Azote	3 min	
Rinçage cartouche	Hexane	3 mL	6
Séchage	Azote	2 min	
Elution	TBME	4 mL	4

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX-11 Version : A Date : 14/02/2005 2 / 2
<b>EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Agnès BARLAGNE	11/02/2005	<i>[Signature]</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	<i>[Signature]</i>
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	<i>[Signature]</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	14/02/2005	<i>[Signature]</i>

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

**SPECIMEN**

**CONFIDENTIEL**

Echantillon : 178107 99h 995676 Mode opératoire d'extraction : M-Ex-01B

Date	Appareil	Température en °C	Valeur affichée	Paraphe
220706	pHmet n° : 7	22.2	5.22	E
220706	Refract n° 2		1.025	E

Date de mise à l'ambient de l'échantillon 220706 Heure de mise à l'ambient : 9h05

Prise d'essai PE : 2 mL Heure de la PE : 10h50 Paraphe : E

Echantillon	Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)	Vol eau ajouté (en mL)
Blanc	# 31	1.022	1/1		

Substance (TP, REF, SI ...)	Code sol ref	Conc sol ref	Volume prélevé en µL						Conc ref dans PE en ng/mL								
			1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6			
SI : Methyltestostérone	513-016	4 mg/L	50									100					
Epitestostérone	#7-033	1 ng/µL	2	10	20							2.5	5	10			
	#7-032	1 ng/µL			60									30			
	#7-033	10 ng/µL				12									60		
Testostérone	#10-035	1 ng/µL	4	60								2	30				
	#10-036	10 ng/µL			36									180			
	#10-031	10 ng/µL				72									360		

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	220706	11h02	11h24		E
Evaporation	220706	11h40	12h05	Bain à sec n° : à froid	E
Incubation				T(°C):	
Mise à pH	<del>220706</del> 220706	12h10		Code tampon : T190706-07	E
Hydrolyse	220706	12h12	13h17	Dlu enzyme : 22108106 Etrve n° : 5	E
Extraction	220706	13h30	14h45	Dlu NH4OH : RT n° : Gilson n° : 1	E
Stockage				Lieu :	
Evaporation	220706	14h50	15h35	Bain à sec n° : 17	E
Dérivation	220706	15h40	16h00	Dérivation 1 Bain à sec n° : 13 Micro onde Code ou dlu du réactif 1 : 02108107	E
				Dérivation 2 Bain à sec n° : Dlu réactif 2 :	
Evaporation				Bain à sec n° :	
Reprise					
Stockage				Lieu :	

dlu : date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

TOPLEVEL PARAMETERS

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

- (X) Save Copy of Method With Data
- ( ) Pre-Run Cmd/Macro =
- (X) Data Acquisition
- (X) Data Analysis
- ( ) Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

Sample Inlet: GC  
 Injection Source: GC ALS  
 Mass Spectrometer: Enabled

=====  
 == 6890 GC METHOD ==  
 =====

OVEN

Initial temp: 160 'C (On)                      Maximum temp: 325 'C  
 Initial time: 0.00 min                         Equilibration time: 0.50 min  
 Ramps:  

#	Rate	Final temp	Final time
1	4.00	255	0.00
2	30.00	300	2.75
3	0.0(Off)		

 Post temp: 0 'C  
 Post time: 0.00 min  
 Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

BACK INLET ( )

Mode: Split  
 Initial temp: 280 'C (On)  
 Pressure: 175.0 kPa (On)  
 Split ratio: 12.1:1  
 Split flow: 11.7 mL/min  
 Total flow: 15.2 mL/min  
 Gas saver: Off  
 Gas type: Helium

COLUMN 1

COLUMN 2

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page:1

USADA 0201

188

Capillary Column  
 Model Number: Agilent 19091Z-002  
 HP-1, 0.2mm \* 25m \* 0.11um  
 Max temperature: 350 'C  
 Nominal length: 25.0 m  
 Nominal diameter: 200.00 um  
 Nominal film thickness: 0.11 um  
 Mode: constant pressure  
 Pressure: 175.0 kPa  
 Nominal initial flow: 1.0 mL/min  
 Average velocity: 41 cm/sec  
 Inlet: Front Inlet  
 Outlet: MSD  
 Outlet pressure: vacuum

(not installed)

FRONT DETECTOR (NO DET)

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz  
 Type: test plot  
 Save Data: Off  
 Zero: 0.0 (Off)  
 Range: 0  
 Fast Peaks: Off  
 Attenuation: 0

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz  
 Type: test plot  
 Save Data: Off  
 Zero: 0.0 (Off)  
 Range: 0  
 Fast Peaks: Off  
 Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

(No Detectors Installed)

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater  
 Description: Interface  
 Initial temp: 280 'C (On)  
 Initial time: 0.00 min  
 # Rate Final temp Final time  
 1 0.0 (Off)

POST RUN

Post Time: 0.00 min

TIME TABLE

Time Specifier

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes	0
Sample Pumps	0
Injection Volume	2.0 microliters
Syringe Size	10.0 microliters
PostInj Solvent A Washes	3
PostInj Solvent B Washes	3
Viscosity Delay	0 seconds
Plunger Speed	Fast
PreInjection Dwell	0.00 minutes
PostInjection Dwell	0.00 minutes

Back Injector:

No parameters specified

MS ACQUISITION PARAMETERS



General Information  
-----

Tune File : atune.u  
Acquisition Mode : SIM

MS Information  
-----

Solvent Delay : 2.50 min

EM Absolute : False  
EM Offset : 400  
Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1  
Group ID : 1  
Resolution : Low  
Plot 1 Ion : 301.3  
Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
( 209.3, 50) ( 301.3, 50) ( 327.3, 50)  
( 341.3, 50) ( 417.3, 50) ( 431.3, 50)  
( 432.4, 50) ( 446.4, 50) ( 522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C  
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS  
-----

DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings  
-----

Sort By: Signal  
Output Destination  
Screen: No  
Printer: Yes

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page:3

USADA 0203

18°

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Quantitative Report Settings  
-----

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantification Testostérone / Epitestostérone  
Calibration Last Updated: Fri Jul 21 16:01:39 2006

Reference Window: 2.00 Minutes  
Non-Reference Window: 1.00 Minutes  
Correlation Window: 0.10 minutes  
Default Multiplier: 1.00  
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information  
-----

-----  
-  
1) Méthyltestostérone (ISTD TR)  
Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	100.000	3723520
2	100.000	3989786
3	100.000	5093742

ISTD conc: 100.000 ng/ml  
Curve Fit: Linear  
-----

-----  
-  
2) Epitestostérone ( )  
Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	5.000	149154
2	30.000	1136908
3	60.000	3173258

Curve Fit: Linear, forced through origin  
-----

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\220718

Comment:

Operator: 18

Data Path: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\220718

Pre-Seq Cmd:

Post-Seq Cmd:

Method Sections to Run: Only Barcode Match

(X) Full Method (X) Inspect Anyway

( ) Reprocessing Only ( ) Don't Filter

Line Type	Vial	Data File	Method	Sample Name
1 Sample	1 R0		MAN14	ms1a
2 Sample	2 REP1E		MAN14	blu ep nep 5 nep4 nep nep 10
3 Sample	1 R1		MAN14	ms1a
4 Sample	3 BLU1E		MAN14	blu ep nep nep nep nep
5 Sample	4 17807480		MAN14	17807480 ep nep nep nep
6 Sample	1 R2		MAN14	ms1a
7 Sample	5 BLU1E		MAN14	blu ep nep nep nep nep
8 Sample	2 REP1E		MAN14	blu ep nep 5 nep4 nep nep 10
9 Sample	6 REP2E		MAN14	blu ep nep10 nep5 nep nep 25
10 Sample	7 R3		MAN27	ms1a
11 Sample	8 REP1E		MAN27	ep te2
12 Sample	7 R5		MAN27	ms1a
13 Sample	X 9 BLU1E		MAN27	blu te
14 Sample	X 10 17807474		MAN27	17807474 te
15 Sample	X 11 17807474B		MAN27	17807474B te SSH
16 Sample	7 R6		MAN27	ms1a
17 Sample	X 12 BLU1E		MAN27	blu te
18 Sample	X 13 REP1E		MAN27	blu t130 e10
19 Sample	X 14 REP2E		MAN27	blu t130 e10
20 Sample	X 15 REP3E		MAN27	blu t360 e10
21 Sample	16 CO1TE		MAN27	cg te 001
22				

Sequence verifiee par: 18

Remarques: .....

DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings  
-----

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings  
-----

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search	Minimum Quality
DEMO.L	0

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings  
-----

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes  
Printer: No  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 12:55:02 2006

Page:1

USADA 0206

191

Reference Window: 2.00 Minutes  
Non-Reference Window: 1.00 Minutes  
Correlation Window: 0.10 minutes  
Default Multiplier: 1.00  
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

-----  
1) Methyltestosterone (ISTD TR)

Ret. Time 20.92 min., Extract & Integrate from 20.42 to 21.42 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 301.30 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	100.000	4680010
2	100.000	4212735
3	100.000	5428625

Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL  
Curve Fit: Linear

-----  
2) Epitestosterone ( )

Ret. Time 18.51 min., Extract & Integrate from 18.01 to 19.01 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	5.000	181309
2	30.000	1100720
3	60.000	3350917

Qualifier Peak Analysis ON  
Curve Fit: Linear, forced through origin

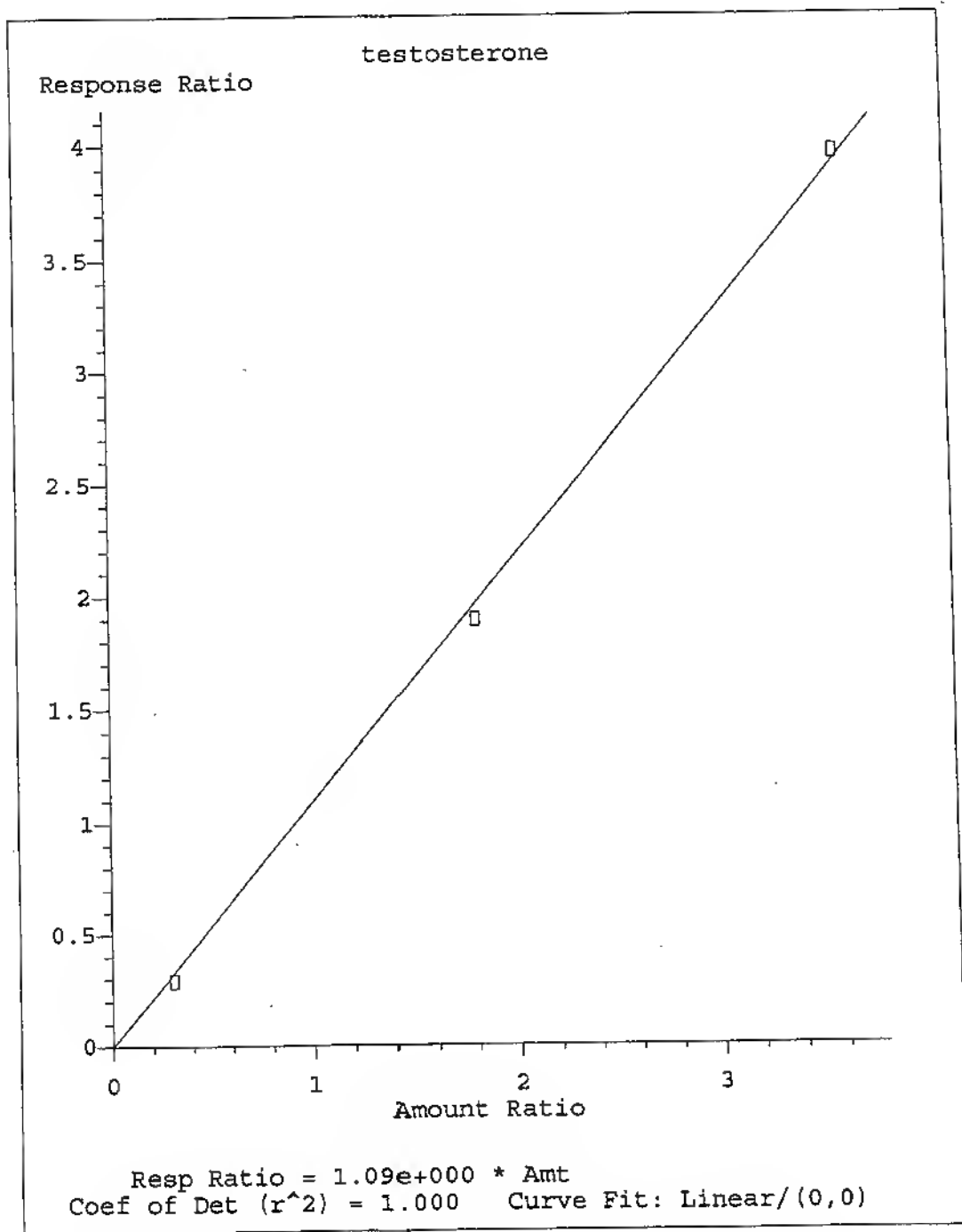
-----  
3) testosterone ( )

Ret. Time 19.31 min., Extract & Integrate from 18.81 to 19.81 min.

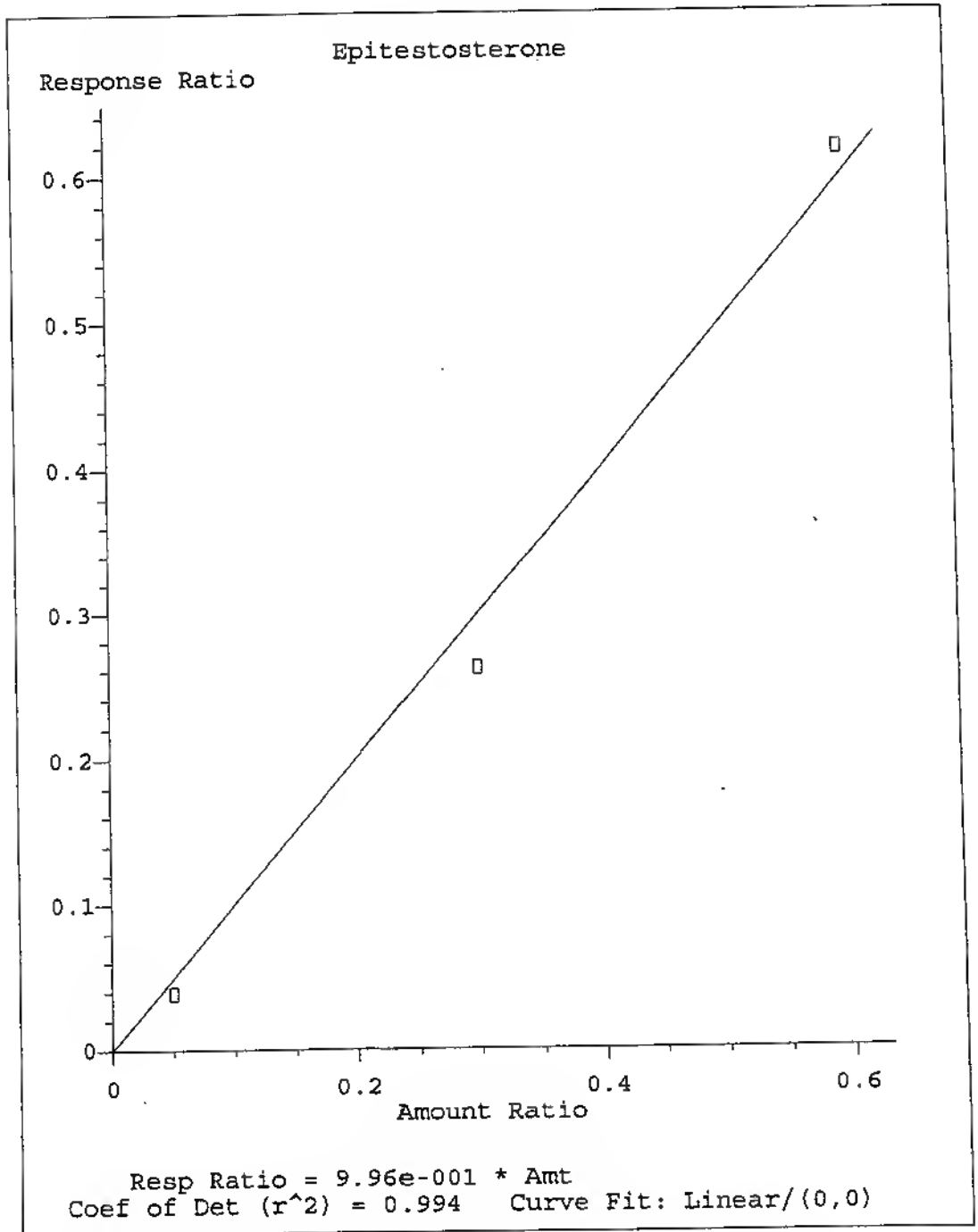
Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	30.000	1359912
2	180.000	7964015
3	360.000	21495301

Qualifier Peak Analysis ON



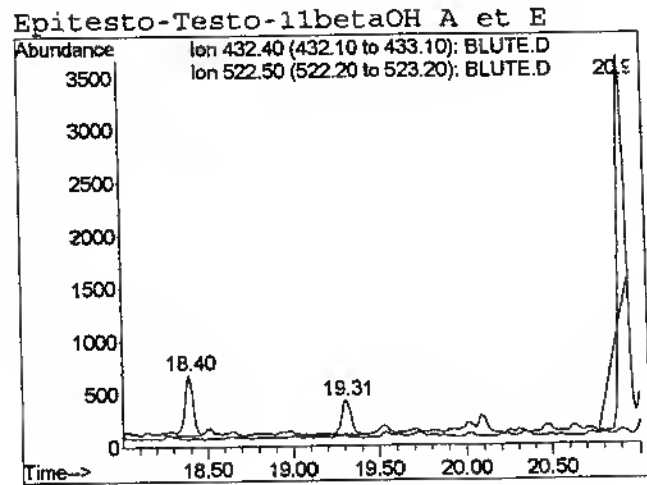
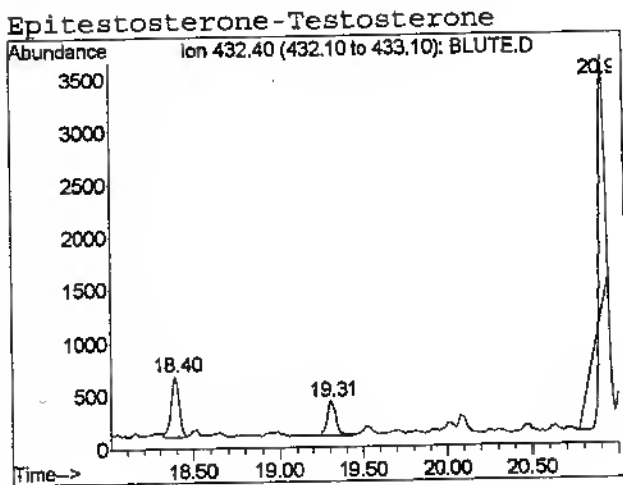
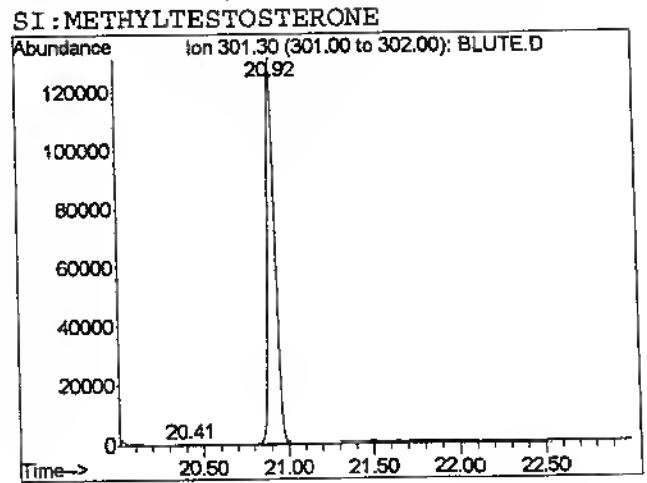
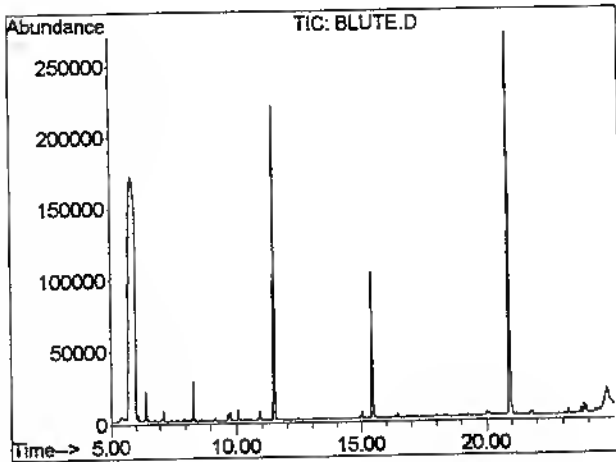
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M  
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M  
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006

File: D:\Msd20\juil06\2207\BLUTE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 17:31  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu te  
Misc Info:  
Vial Number : 9

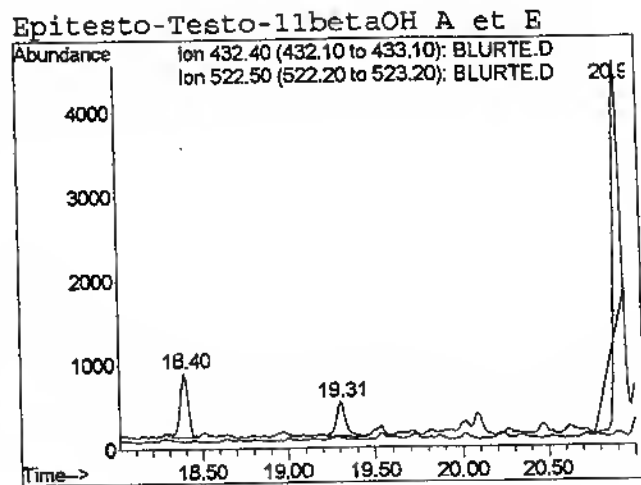
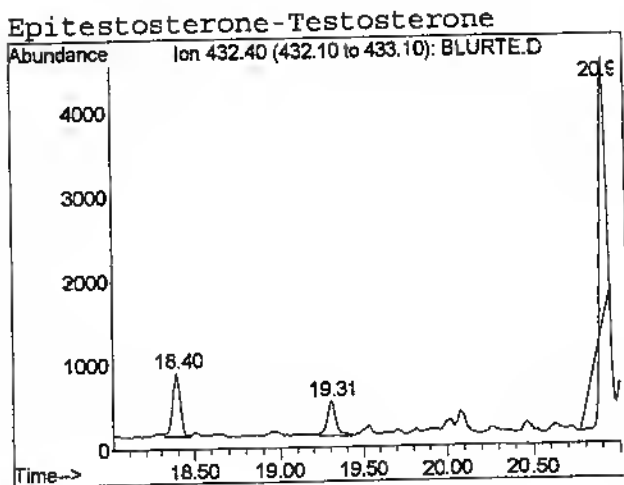
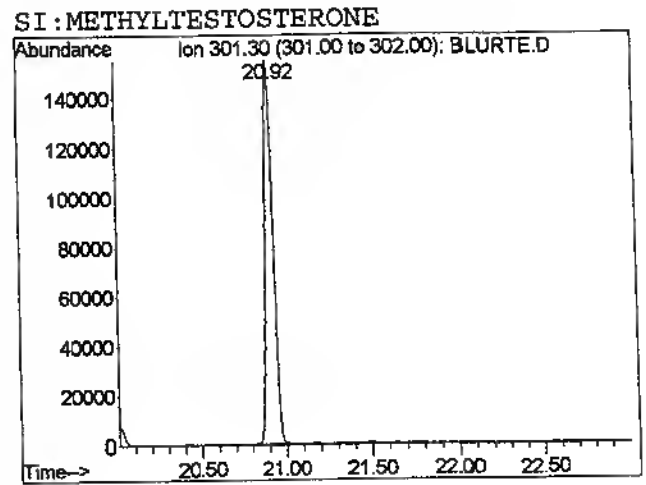
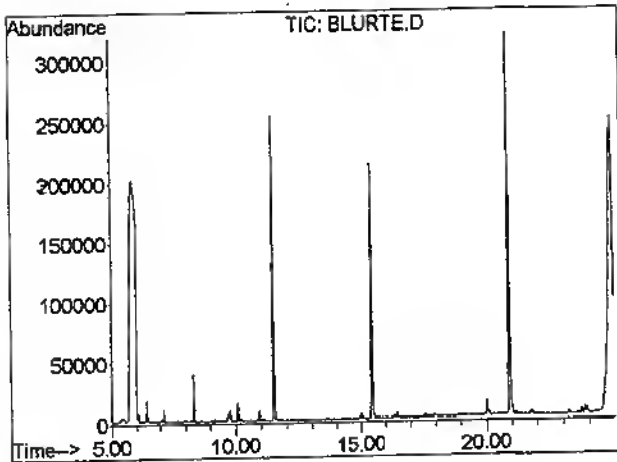
Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone





File: D:\Ms20\juil06\2207\BLURTE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 19:35  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blute  
Misc Info:  
Vial Number : 12

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\JUL06\2207\  
Data File Name 17807474.D  
Operator 18  
Date Acquired 7/22/2006 18:02  
Acq. Method File MAN27  
Sample Name 178/07 995474 te  
Vial Number 10  
Calibration Title Quantification du rapport T/E  
Last Calibration Update Mon Jul 24 12:54:54 2006

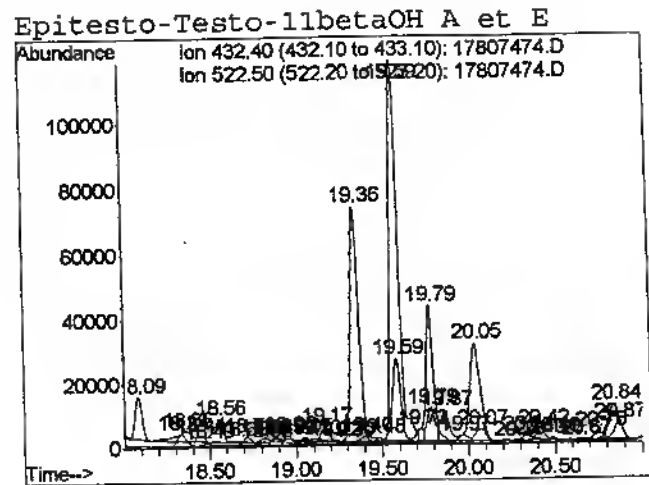
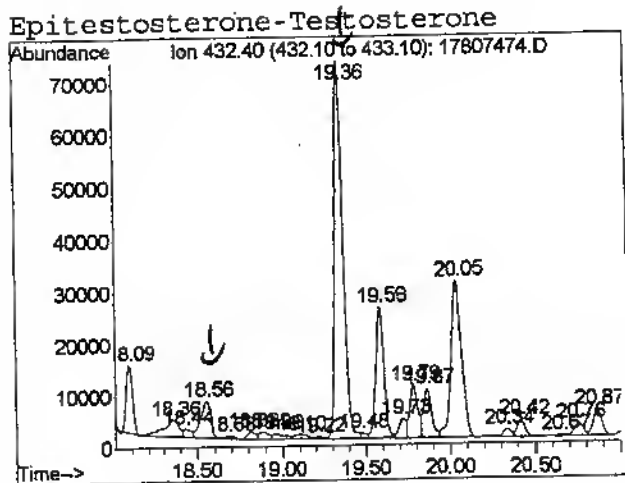
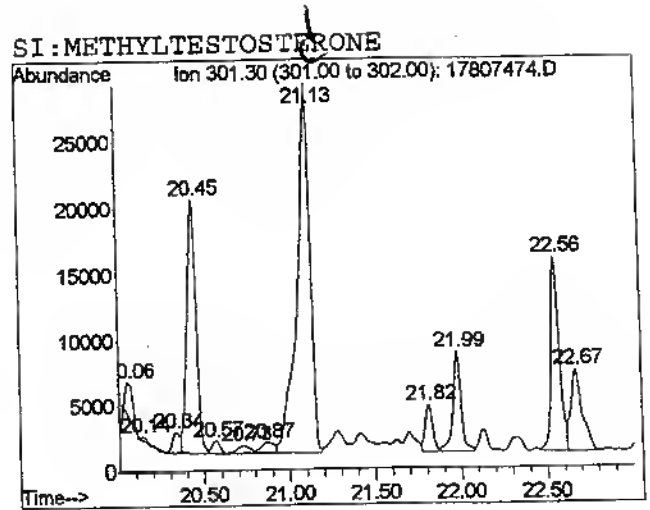
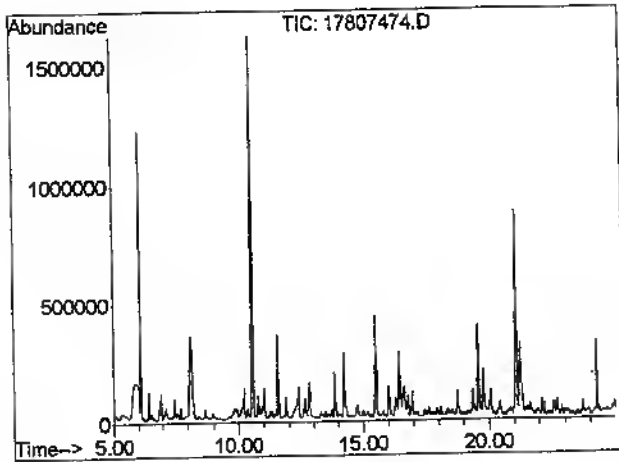
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	21.13	301.3	Methyltestosterone	1397296	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	244818	17.59	ng/mL
3)		19.35	432.4	testosterone	2621497	172.23	ng/mL

## Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
10.7	9.8

File: D:\msd20\juil06\2207\17807474.D  
 Operator: 18  
 Date Acquired: 22 Jul 2006 18:02  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: 178/07 995474 te  
 Misc Info:  
 Vial Number : 10

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\JUIL06\2207\  
 Data File Name 1780774B.D  
 Operator 18  
 Date Acquired 7/22/2006 18:33  
 Acq. Method File MAN27  
 Sample Name 178/07 995474 te SSH  
 Vial Number 11  
 Calibration Title Quantification du rapport T/E  
 Last Calibration Update Mon Jul 24 12:54:54 2006

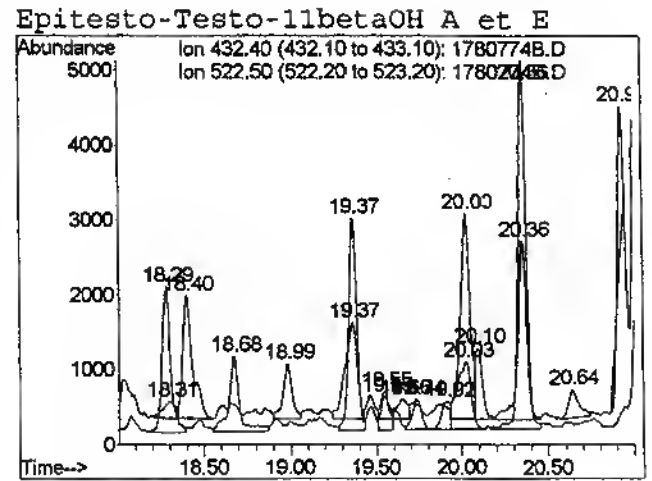
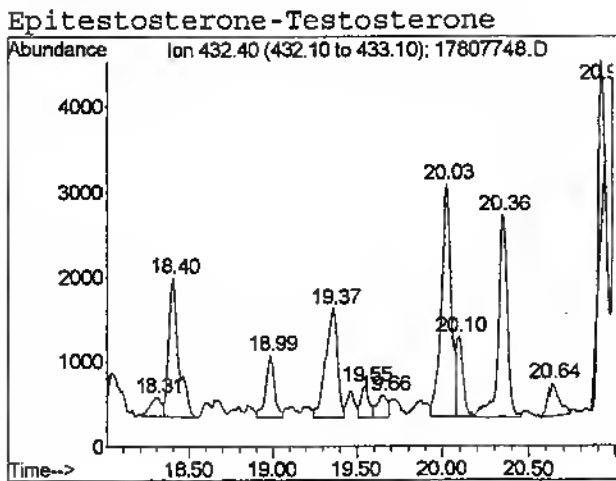
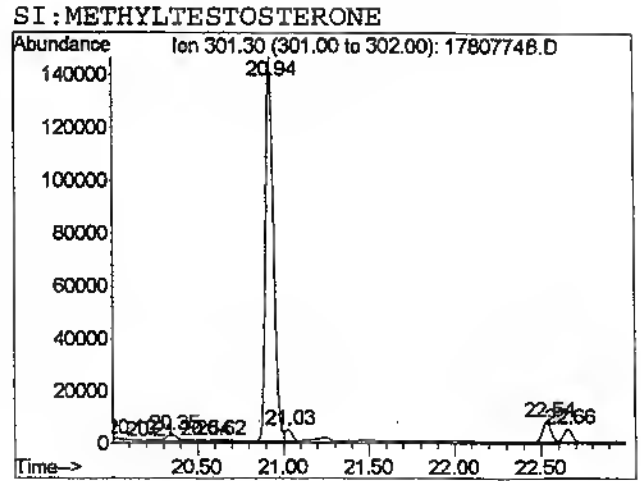
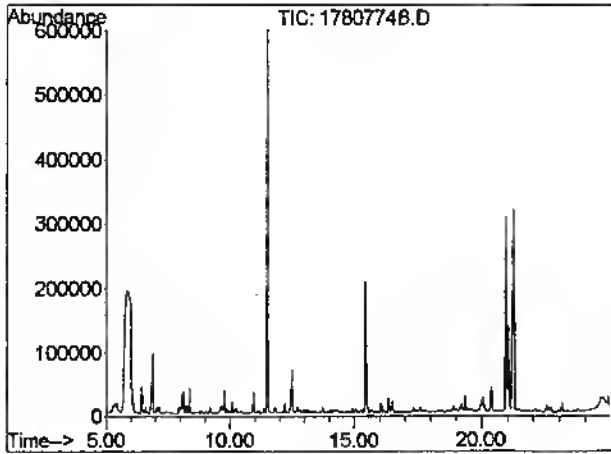
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.94	301.3	Methyltestosterone	4818729	100.00	ng/mL
2)		18.61	432.4	Epitestosterone	4968	0.10	ng/mL
3)		19.36	432.4	testosterone	55662	1.06	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.2	10.2

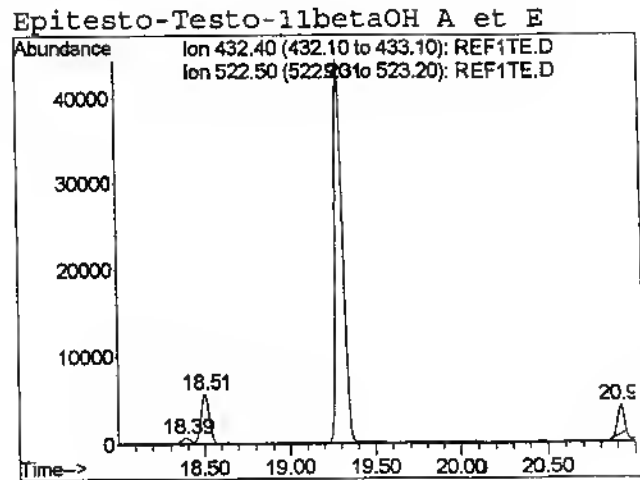
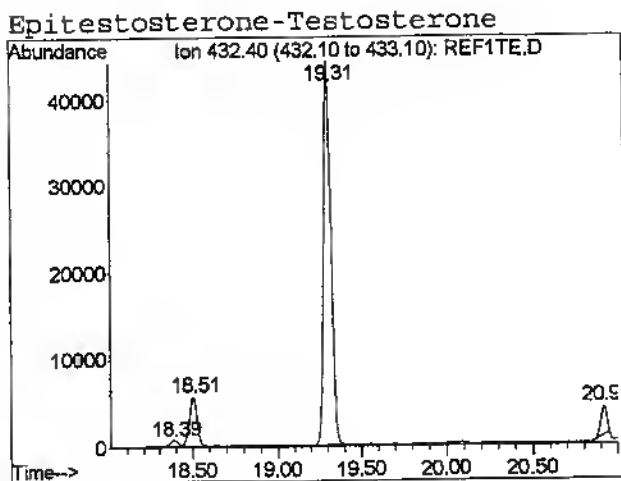
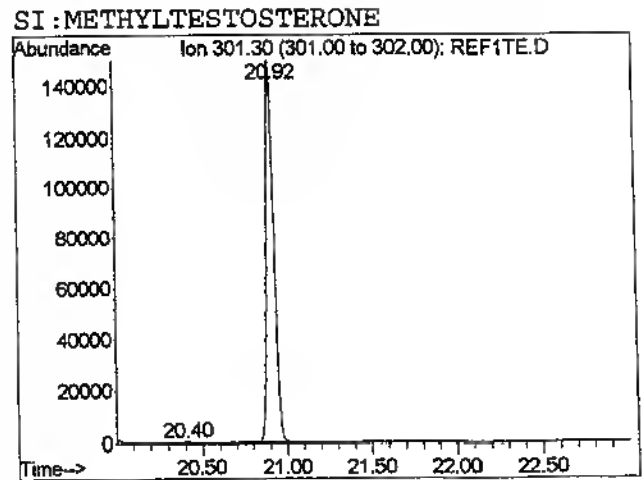
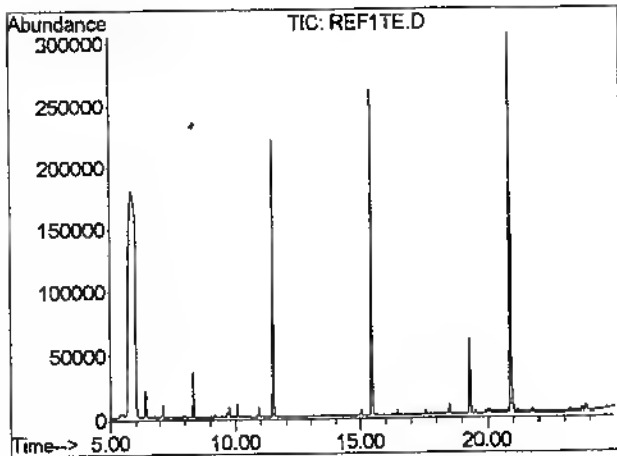
File: D:\Msd20\juil06\2207\1780774B.D  
 Operator: 18  
 Date Acquired: 22 Jul 2006 18:33  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: 178/07 995474 te SSH  
 Misc Info:  
 Vial Number : 11

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



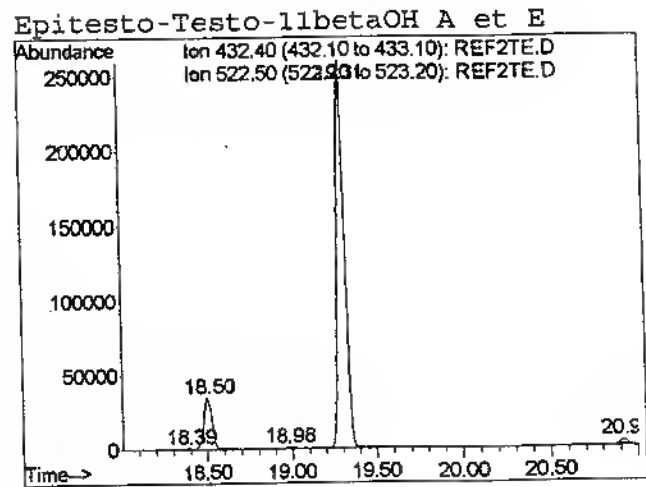
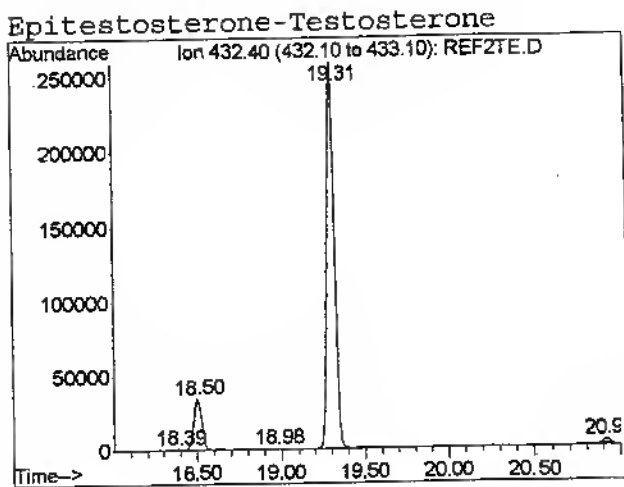
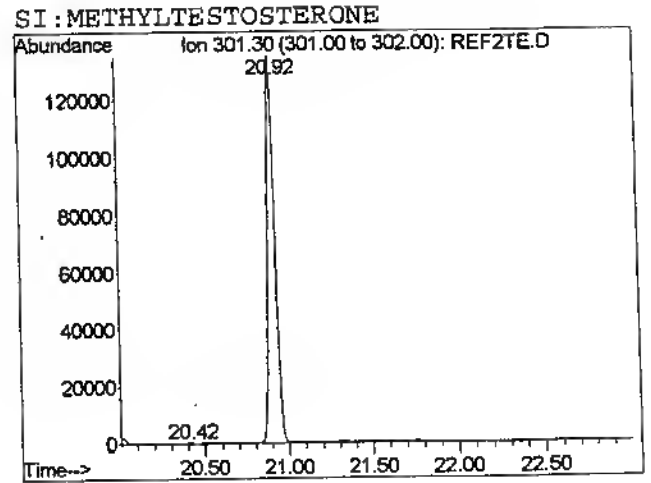
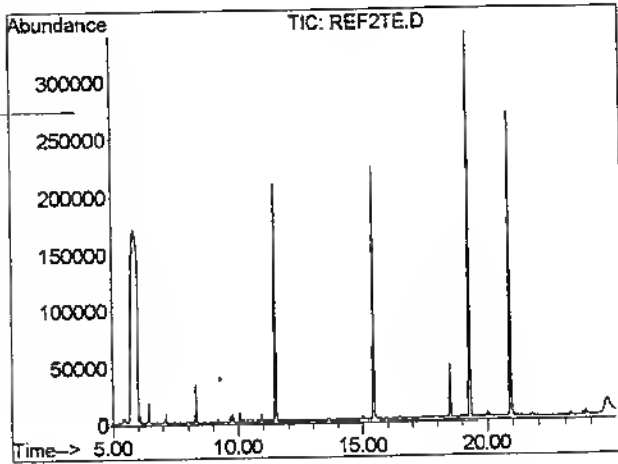
File: D:\Msd20\juil06\2207\REF1TE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:05  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t30 e5  
Misc Info:  
Vial Number : 13

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



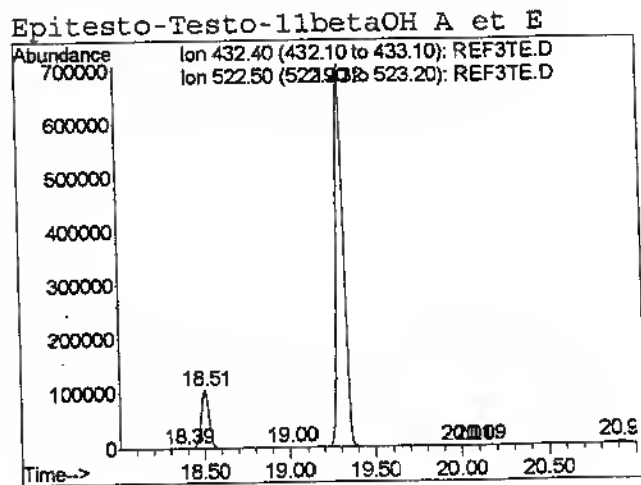
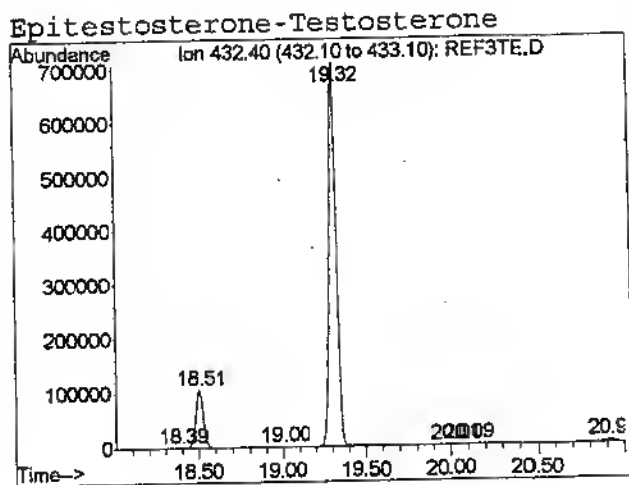
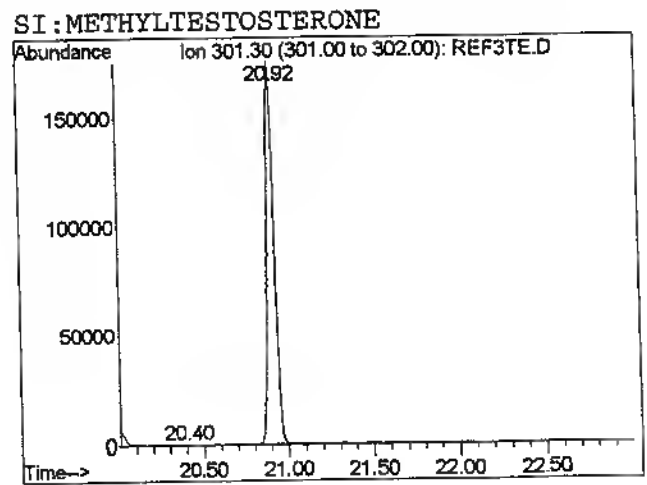
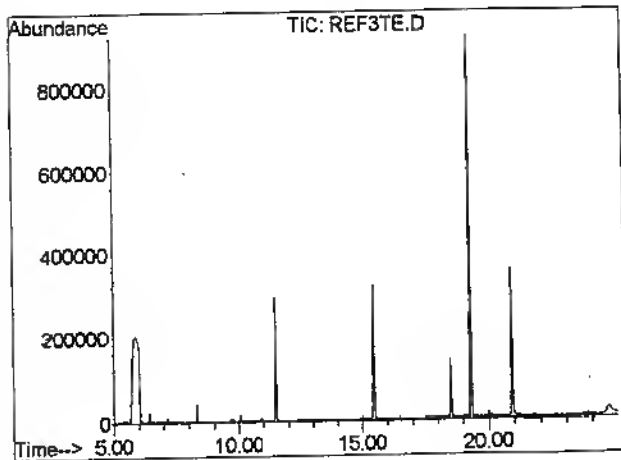
File: D:\msd20\juil06\2207\REF2TE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:36  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t180 e30  
Misc Info:  
Vial Number : 14

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



File: D:\Msd20\juil06\2207\REF3TE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 21:07  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t360 e60  
Misc Info:  
Vial Number : 15

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone





LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM</b> (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : **MSD20**

Date : **22/07/06**

**1 - Source d'ionisation**

		Oui Non
MSD	Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
	Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
	Repeller < 35	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Polaris	Ion time > 2 ms	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>

Observations :

**2 - Etanchéité du système**


		Oui Non
MSD /	18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 44/69 (CO2) < 10%	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Polaris	Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>

Observations :

**3 - Sensibilité**

		Oui Non
Screening	Recal / Mix conforme	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Conf	TP conforme - Fichier : <b>TPTE</b>	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier : <b>TPTE</b>	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
	TP conforme - Fichier :	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>

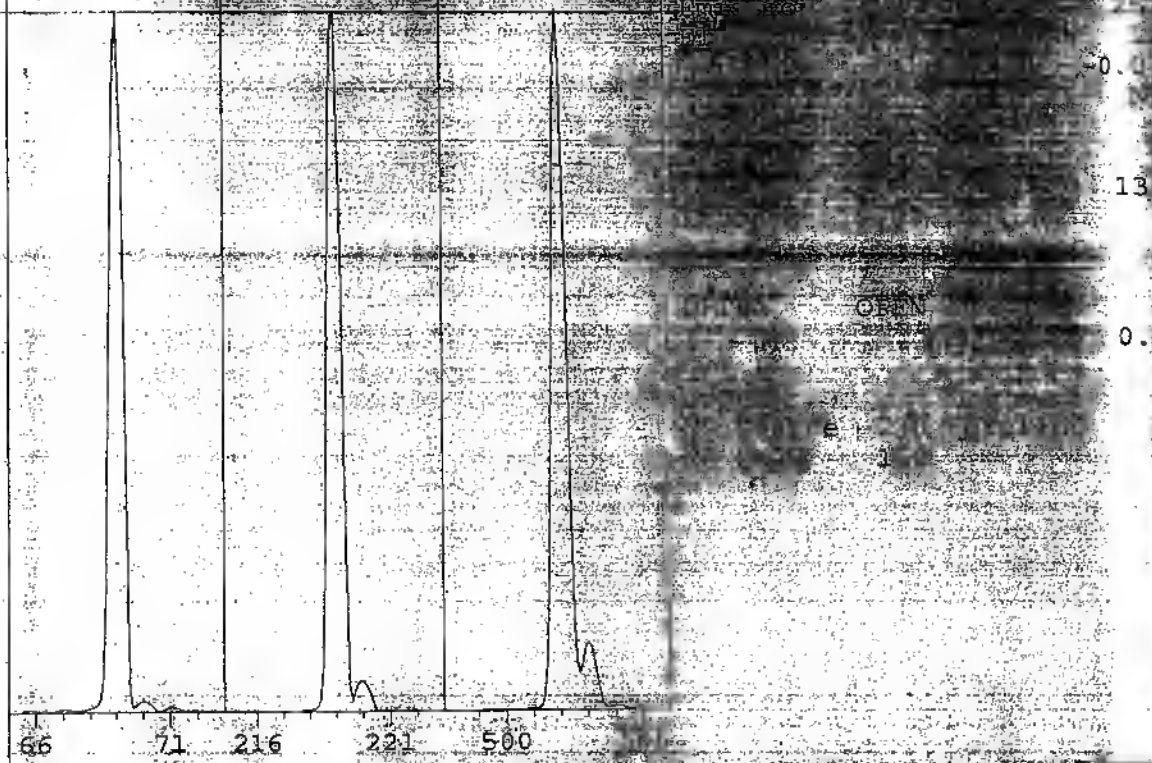
Observations :

Code opérateur et paraphe : **18** 

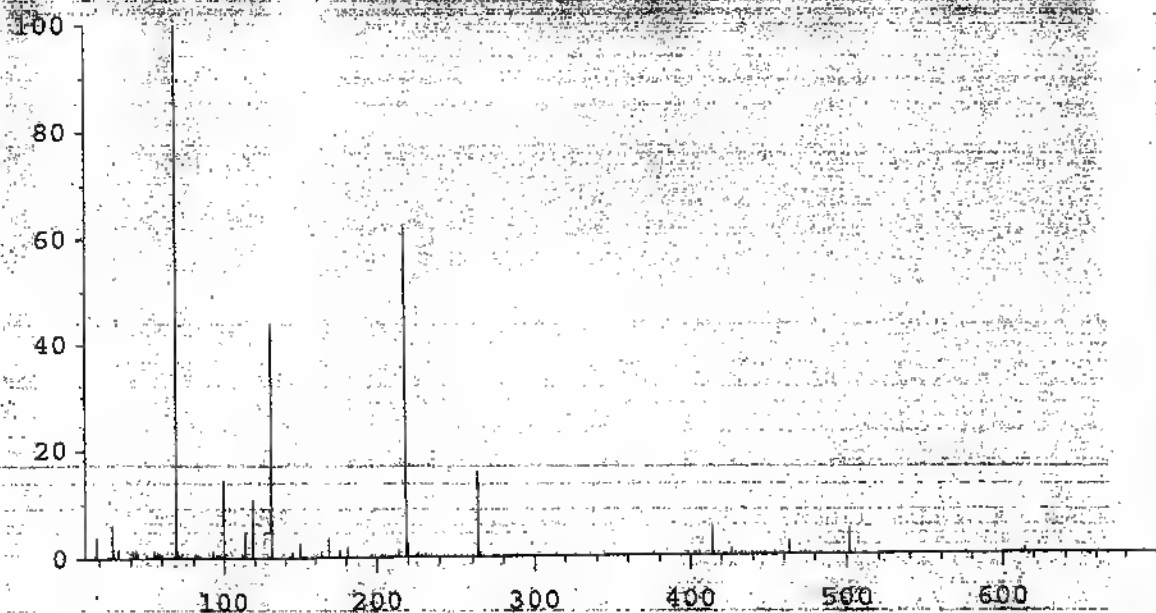
*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil*

Instrument: MSD-20  
 Sat Jul 22 1977

Mass	69.00	Mass	219.00	Mass	502.00
Ab	494198	Ab	273984	Ab	21504
Pw50	0.61	Pw50	0.62	Pw50	0.60

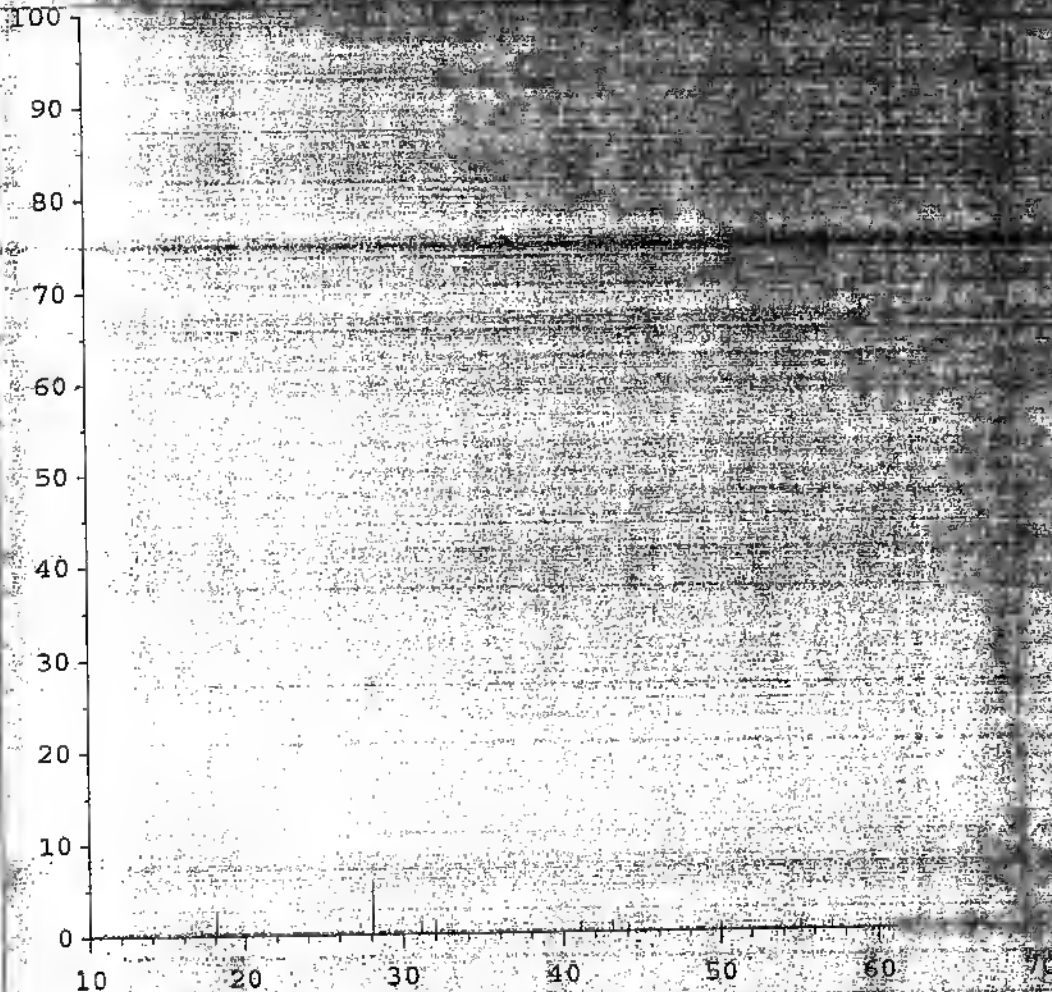


Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10  
 240 peaks Base: 69.00 Abundance: 441856



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	441856	100.00	70.00	6889	1.49
219.00	273984	62.01	220.00	11981	4.37
502.00	21504	4.87	503.00	2108	9.80

Inst  
t J  
Scan  
64 pps



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
70.00	402432	100.00	70.00	5.711	1.00
18.10	11558	2.87	18.10	73	0.63
28.10	22984	5.71	28.10	2122	9.23

Current Params used:

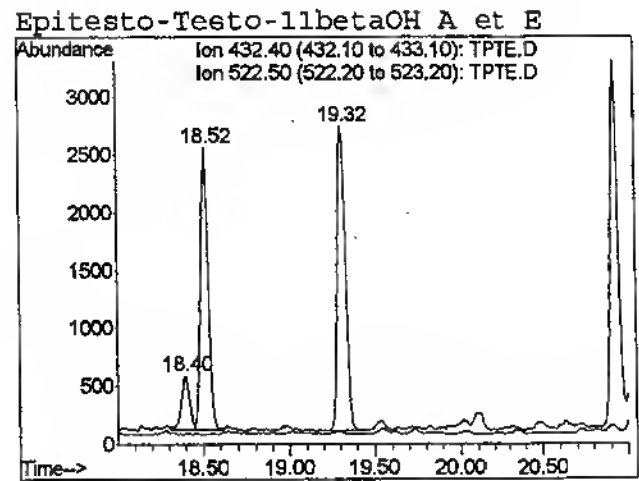
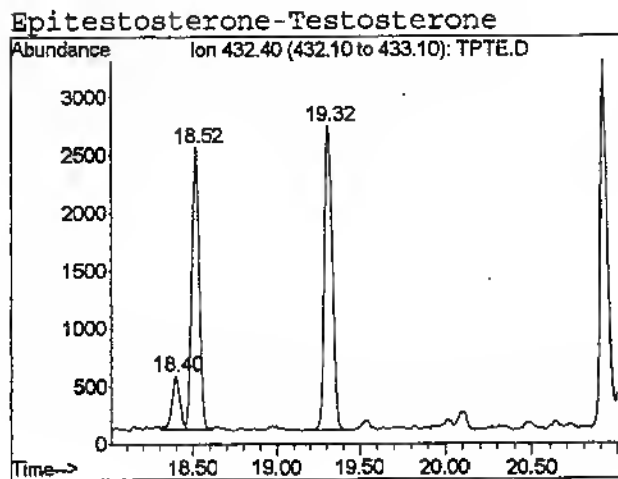
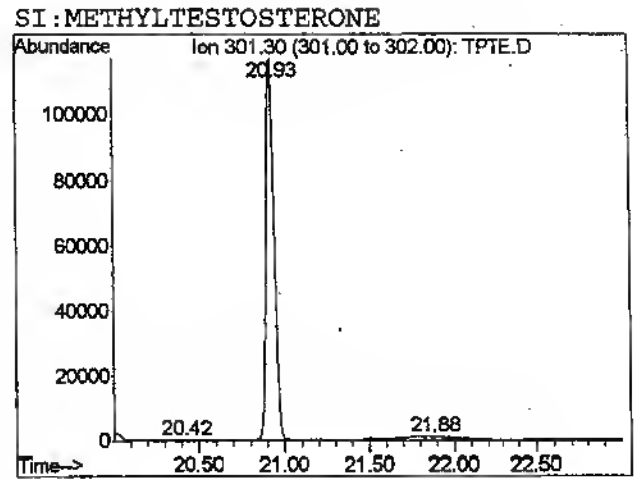
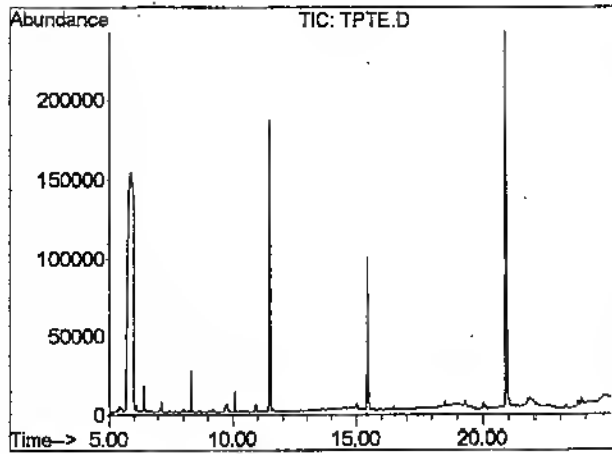
Rep = 29.5 Dnt1 = 19.07 Entr = 14 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

18/69 = 2.87	Water†
28/69 = 5.71	Nitrogen†
32/69 = 1.60	Oxygen†
44/69 = 0.89	Carbon Dioxide†
28/18 = 198.84	Nitrogen/Water†

File: D:\Msd20\juil06\2207\TPTE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 16:29  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: tp te2  
Misc Info:  
Vial Number : 8

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



LNDD	ENREGISTREMENT	Code :	E-FCR-04B
		Version :	E
		Date :	29/05/2006
		Page :	1/1
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT - CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE T/E			

Paraphe : *E*

Echantillon : 178/07 995474 Dilution : 1/ 1

Ion de quantification Testo et Epitesto : 432 Ion de quantification SI : 301

Concentration de la référence 1 :	Testostérone:	30	Epitostérone :	5	T/E théorique : 6
Concentration de la référence 2 :	Testostérone:	180	Epitostérone :	30	T/E théorique : 6
Concentration de la référence 3 :	Testostérone:	360	Epitostérone :	60	T/E théorique : 6

Fichier	Surface du SI	Surface Testostérone	Surface Epitostérone
REF1 REF1TE	4680010	1359912	181309
REF2 REF2TE	4212735	7964015	1100720
REF3 REF3TE	5428625	21495301	3350917
17807474	1397296	2621497	244818

**RESULTAT DE L'ECHANTILLON**

	Concentration Testostérone	Concentration Epitostérone	Rapport T/E en surface
Valeur obtenue	172,0 ng/mL	17,6 ng/mL	
Valeur finale	172,0 ng/mL	17,6 ng/mL	10,7

**Partie à remplir par le responsable**

Seuil de déclaration du rapport T/E ( en surface) : 4  
 Incertitude (liée à la méthode) pour le rapport T/E : *30%* pour l'Epitostérone : *30%* pour la Testostérone : *20%*  
 Valeur basse du rapport T/E : *7.5* Résultat : Anormal :   
 Valeur haute du rapport T/E : *13.9* Inclassable :   
 Négatif :

**Correction des concentrations en Testostérone et Epitostérone par la densité (cf doc E-INC-03) :**

Densité affichée	<i>1.025</i>	PARAPHE <i>E</i>
Numéro du réfractomètre	<i>2</i>	
Densité corrigée :	<i>1.025</i>	
Facteur de correction	<i>0.76</i>	
Concentration corrigée de Testostérone	<i>197</i>	
Concentration corrigée d'Epitostérone	<i>13</i>	

Ecart n° :

*Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation*

Contre-analyse du : V3 au 05/03/2006

Echantillon n° 995474 "B" (178/07-1)  
Prélevé le 20/07/2006

UCI

CA demandée par :  
UCI et USADA le 31/07/2006

Compétition : Tour de France 2006 (17<sup>ème</sup> étape) à  
Morzine

T/E = 11.0 + Origine exogène des métabolites de la  
Testostérone

USADA 0224

LIST OF CONTENT

<b>SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART</b>	<b>pages 1-31</b>
Sample collection control form (995474)	Pages 1 and 2
Documentation of Shipping (E-AR-02)	Page 3
Documentation of receipt of intact sample	Page 4
Mails from : USADA/UCI/LNDD/CPLD/Dr. De Boer	Pages 5 to 22
Staff involved in the B analysis	Page 23
Acknowledgment of receipt of A sample documentation package	Page 24
Opening form of sample B	Pages 25 and 26
Internal chain of custody of A and B samples and aliquots	Pages 27 to 31
<b>SECTION 2 : TECHNICAL PART</b>	<b>pages 32 -134</b>
2.1 Analysis for confirmation of T/E ratio	
List of confirmation analyses, method and preparative form, description of analysis	Page 32 to 43
Analysis program	Page 44
Calibration curves	Pages 45 and 46
- Negative aliquot	Pages 47 and 48
- Sample B 995474 aliquots (N=3 with hydrolysis; N=1 without hydrolysis)	Pages 49 to 56
- Positive aliquots	Pages 57 to 59
Result form	Page 60
Data on instrument performances	Pages 61 to 64
2.2. Confirmation analysis by GC/C/IRMS	
List of confirmation analyses, method and preparative form	Pages 65 to 73
2.2.1. GC/MS analysis	
Description of GC/MS analysis	Pages 74 to 78
Analysis program	Page 79
GC/MS analysis data: Negative aliquot and Sample B995474 for each fraction	Pages 80 to 93
Result form	Pages 94 to 96
Data on instrument performances	Pages 97 to 99
2.2.2. Isotopic ratio analysis	
Description of GC/C/IRMS analysis	Pages 100 to 101
Isotopic ratio analysis data: Negative aliquot and Sample B995474 for each fraction	Pages 102 to 121
Result form	Pages 122 to 123
Data on instrument performances	Pages 124 to 134
<b>SECTION 3 : Certificate of analysis n°28541</b>	<b>pages 135-136</b>
<b>ANNEXES</b>	<b>pages 137-139</b>
Comments from Dr Douwe de Boer	Pages 137 to 138
List of the requests from Dr. Douwe de Boer	Page 139

USADA 0226



2006  
 17:07

**FICHE DESTINÉE AU LABORATOIRE NATIONAL DE DÉPISTAGE DU DOPA**

Joindre obligatoirement les PV et cette fiche avec les prélèvements biologiques !

**Identification du médecin ayant effectué les prélèvements :**

Nom/Prénom (en lettres majuscules) : BORDABERRY Gérard

Adresse : 4 Av. Vliam  
64500 St Jean de Luz Téléphone : 05.59.51.600

Identification des contrôles :  En compétition  Hors Compétition

Le contrôle a-t-il été diligenté par une D.R.J.S. : oui  non  si oui laquelle : .....

Fédération : FFC V.C.I. Cyclisme

Nom de l'épreuve : Tour de France 17<sup>e</sup> étape

Lieu : MORZINE Date : 20/07/06

**N° prélèvements :**

M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/> BUR994179	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/> BUR99S474	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/> BUR994178	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum
M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum
M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum

**Commentaires :**

**Tracabilité de la chaîne du froid :**

Trajet : Lieu de prélèvement/domicile (ou cabinet) : Ambient  +4°C  -20°C   
 Stockage sur le lieu de collecte : Ambient  +4°C  -20°C

**Lieu de collecte (adresse où s'est effectué l'enlèvement des échantillons) :**

Dénomination (Domicile/cabinet/laboratoire...) : Unité Stab ASO

Adresse : Tour de France

Enlèvement effectué le : 20/07/06

Reçu au LNDD le : 20 JUIL. 2006

**BERLINGERS-VERBAL DE CONTRÔLE ANTIDOPAGE / DOPING CONTROL FORM**  
**CONFIDENTIEL / CONFIDENTIAL**

2006  
17:07

Organisme demandant le contrôle / Organisme requesting control

Ministère chargé des Sports  
 Direction régionale de la Jeunesse  
 Fédération nationale  
 Fédération internationale

Type de contrôle / Type of test

Inopiné  Oui  Non

Organisation

Internationale  Nationale  Régionale

Équipe  Individuel

Atteinte hors club

Cabinet médical

Suivi

Fédération - Discipline / Sport

Nom de l'épreuve - Ville - CP / Event and place

**Notification de contrôle et accusé de réception / Notification of testing and acknowledgement**

Vous êtes convoqué(e) à un contrôle antidopage / You are hereby summoned to appear for doping test

Date / Date: 20/07/2006

Nom et signature du Délégué Fédéral / Name and signature of Federal Delegate

Nom et prénom du médecin / Name of doctor (en toutes lettres)

Signature du Médecin / Signature of Doctor

**Réalisation du contrôle / Test completion**

Date du prélèvement / Sampling date: 20/07/2006

Echantillons A et B / Samples A and B  
 Code Flacon (et container) n° / bottle Code: BUR995474

Quantité totale d'urine, sang, ml / Total amount of urine, blood, ml

Densité / Specific Gravity

**Echantillon d'urine insuffisant / Insufficient urine sample**

*[Redacted area]*

**Médicaments / Drugs  OUI  NON**

Médicaments déclarés avoir été pris récemment / Drugs declared to have been recently used (éventuellement nom du médecin prescripteur)

*[Handwritten text]*

Commentaires sur la procédure / Comments on procedure

**Confirmation / Confirmation**

Signature du Délégué Fédéral / Signature of Federal Delegate

Signature du Médecin / Signature of Doctor

USADA 0228

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-AR-02 Version : C Date : 28/06/2005 1/1
ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS sans document de livraison		

Cas d'un TRANSPORT AU LABORATOIRE par chauffeur sans document de livraison

Orgaisme :	UCI
Epreuve et lieu :	17 <sup>e</sup> Etape
Date du contrôle :	20/07/06



Nombre total d'échantillons reçus : .....9.....

Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon
994 069			
994 180			
270 145			
994 178			
995 476			
270 141			
994 179			
			149986
			149996

Commentaires : P-99427

Urine

Sang a' zic

RECEPTION AU LABORATOIRE	TRANSPORTEUR
Date et heure: 20-07-06 9h35	Nom : SIMONET
Nom : RAHALI	Signature :
Signature : 	
Cachet : LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE 143. av. Roger Salengro 92290 CHANTIENAY-MALABRY Tél. : 01 46 60 28 69 - Fax : 01 46 60 30 17 SIRET 140 881 497 69 92 91 0	

est à archiver avec les documents de la série dans la salle de réception

---

**ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS**  
**(Echantillons et Documents)**

---

Du Docteur : BORDABERRY, Gérard

du 20/07/2006

Transporteur : DYNAPOST

N° du Bordereau d'expédition :

Date Réception des prélèvements : 20/07/2006

Des Documents : 20/07/2006

Organisme : Cyclisme (UCI)

Epreuve et Lieu : TDF 2006 étape n°17 à Morzine

Nombre total d'échantillons recus :  A +  B

Numéro(s) des échantillon(s) :

994178 994179 995474

Numéro(s) Laboratoire attribué(s) : 178/07

Commentaires :

Adeline MOLINA-PAUL  
Responsable Logistique

DRJS :



**email direction LNDD**

---

**De:** Varin Christian - UCI [christian.varin@uci.ch]  
**Envoyé:** lundi 31 juillet 2006 17:41  
**À:** email direction LNDD  
**Objet:** échantillon 995474  
**Importance:** Haute

Cher Dr. De Ceaurriz,

Conformément à l'article 191 du règlement antidopage de l'UCI, la demande de contre analyse peut être faite par la commission antidopage de l'UCI.

Nous vous serions reconnaissants de bien vouloir nous proposer plusieurs dates pour mener à bien la contre analyse de l'échantillon n°995474, prélevé lors du Tour de France 2006.

Dans l'attente de vos prompts nouvelles, nous vous adressons, cher Dr. De Ceaurriz, nos meilleures salutations !

Christian Varin  
Manager Antidopage / Antidoping Manager  
Union Cycliste Internationale  
CH - 1860 Aigle

Tél : +41-24.468.58.11  
Fax : +41-24.468.58.12  
[www.uci.ch](http://www.uci.ch)

---

**IMPORTANT NOTICE :**

This message contains confidential information and is intended only for the individual named herein. If you are not the herein named addressee you should not disseminate, distribute copy or otherwise make use of this e-mail. Please notify the sender immediately by e-mail if you have received this e-mail by mistake, and delete this e-mail from your system.

---

Orange vous informe que cet e-mail a été contrôlé par l'anti-virus mail.  
Aucun virus connu à ce jour par nos services n'a été détecté.

31/07/2006

USADA 0231

Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

**TRANSMISSION DE TELECOPIE**

<b>Expéditeur :</b>  J. de CEARRIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage  Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	<b>Destinataire :</b> C. VARIN  <b>Organisme :</b> UCI  <b>Fax :</b> 00.41.24.468.59.14
--	---

Nombre de pages y compris celle-ci : 1

Monsieur,

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, nous vous proposons que la contre-analyse concernant l'échantillon n° 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ait lieu le :

- Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006
- Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006
- Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 8 septembre 2006

Selon le règlement de l'AMA, une personne indépendante du laboratoire (le témoin) doit assister à l'ouverture du scellé de l'échantillon B. Afin de prendre les dispositions nécessaires le cas échéant, je vous remercie de nous informer si votre fédération prévoit la venue d'un représentant (expert, médecin, représentant du sportif...)

L'opération de contre-analyse débutera à 9h00 au Laboratoire National de Dépistage du Dopage à la date retenue.

Nous vous prions de bien vouloir nous adresser avant la contre-analyse un chèque de 245 € correspondant aux charges de la contre-analyse (référence de l'échantillon à inscrire derrière le chèque). Une facture sera alors émise après la contre-analyse.

Cordiales salutations.

J. de CEARRIZ

Tac	Heure début	Util.	No tél. ou ID	Type	Pages	Mode	Etat
825	31/ 7 18:23....	0'31"	+41 24 468 59 14	Envoi.....	1/ 1	EC144	Terminé.....

Total 0'31" Pages envoyées: 1 Pages imprimées: 0



Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

<b>Expéditeur :</b> J. de CEAURRIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage  Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	<b>Destinataire :</b> C. VARIN  <b>Organisme :</b> UCI  Fax : 00.41.24.468.59.14
---	--

Nombre de pages y compris celle-ci : 1

Monsieur,

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, nous vous proposons que la contre-analyse concernant l'échantillon n° 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ait lieu le :

- Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006
- Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006
- Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 8 septembre 2006

Selon le règlement de l'AMA, une personne indépendante du laboratoire (le témoin) doit assister à l'ouverture du scellé de l'échantillon B. Afin de prendre les dispositions nécessaires le cas échéant, je vous remercie de nous informer si votre fédération prévoit la venue d'un représentant (expert, médecin, représentant du sportif...)

L'opération de contre-analyse débutera à 20h00 au Laboratoire National de Dépistage du Dopage à la date retenue.

Nous vous prions de bien vouloir nous adresser avant la contre-analyse un chèque de 245 € correspondant aux charges de la contre-analyse (référence de l'échantillon à inscrire derrière le chèque). Une facture sera alors émise après la contre-analyse.

Cordiales salutations,

*J. de CEAURRIZ*

143, avenue Roger Salengro - 92290 Châtenay-Malabry - FRANCE  
Téléphone : + 33 (0) 1 46 60 28 69 - Télécopie : +33 (0) 1 46 60 30 17 - e-mail : direction@lndd.com

**email direction LNDD**

---

**De:** email direction LNDD [direction@lndd.com]  
**Envoyé:** lundi 31 juillet 2006 18:28  
**À:** 'christian.varin@uci.ch'  
**Objet:** Date contre-expertise echantillon n°995474

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, veuillez trouver ci-joint les dates de la contre-expertise de l'échantillon n°995474 (rapport d'analyse n°178/07-1) :

Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006  
Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006  
Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 08 septembre 2006

Cordiales salutations

J. de CEARRIZ

31/07/2006

USADA 0234

8



Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

<u>Expéditeur :</u>  Jacques de CEURRIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage  Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	<u>Destinataire :</u>  M. DAUTRY - Secrétaire Général <u>Organisme :</u>  CPLD  <u>Fax :</u> 01.40.62.76.85
---	---

Nombre de pages y compris celle-ci : 3

Monsieur le Secrétaire Général,

Je vous prie de bien vouloir trouver ci-joint l'e-mail de l'UCI demandant une contre-analyse sur l'échantillon B 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ainsi que notre proposition de date.

Je vous prie de recevoir, Monsieur le Secrétaire Général, mes cordiales salutations.

J. de CEURRIZ



Tac	Heure début	Util.	No tél. ou ID	Type	Pages	Mode	Etat
832	1 / 8 9:06...	0'52"	0140627685	Envoi.....	3/ 3	EC144	Terminé.....
Total		0'52"	Pages envoyées: 3		Pages imprimées: 0		



Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

<b>Expéditeur :</b> Jacques de CEAURREZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage Tél: +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax: +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail: direction@lndd.com	<b>Destinataire :</b> M. DAUTRY - Secrétaire Général Organisme : CPLD Fax : 01.40.62.76.85
---	---

Nombre de pages y compris celle-ci : 3

Monsieur le Secrétaire Général,

Je vous prie de bien vouloir trouver ci-joint le mail de l'UCI demandant une contre-analyse sur l'échantillon B 995474 (rapport d'analyse n° 176/07-1) ainsi que notre proposition de date.

Je vous prie de recevoir, Monsieur le Secrétaire Général, mes cordiales salutations.

J. de CEAURREZ



**VIA FACSIMILE**

July 31, 2006

Christian Varin, Manager  
Anti-Doping Services  
Union Cycliste International  
Ch 1860 Aigle  
Switzerland

J. de Ceauriz, Director  
Laboratoire National de Depistage du  
Dopage  
143, avenue Roger Salengro  
92290 Chatenay-Malabry  
FRANCE

**Board of Directors**

Ralph W. Hale, MD  
Chair

Richard W. Cohen, MD  
Vice Chair

Barry Axelrod  
Treasurer

Kate Hendrickson Borg, CHMM  
Secretary

Evelyn Ashford

Lawrence Brown, Jr., MD, MPH

Jean Fourcroy, MD, PhD, MPH

Andrew Mecca, Dr. PH, MPH

Annette Solmeen, DPhil

RE: UCI File No. 29/06  
Tour de France, July 20, 2006  
Floyd Landis – Sample #995474

Gentlemen:

I am in receipt of the letter from UCI dated July 31, 2006, and the letter of today from the Mr. Landis requesting the B sample opening and analysis.

I am writing to confirm that the B sample opening and analysis of sample #995474 will begin on Thursday, August 3, and conclude on Saturday, August 5, 2006. USADA understands that that the B sample confirmation will include the testosterone/epitestosterone analysis and the carbon isotope ratio analysis.

Additionally, the athlete will be represented by Mr. José M. Buxeda and Dr. Douwe de Boer. USADA will also have a representative, Ms. Caroline Hatton, attend the B sample opening and analysis.

If you have any questions or concerns about this matter, please do not hesitate to contact me.

Sincerely,

  
Travis T. Tigar  
General Counsel

cc: Sean Petty, USA Cycling (w/o encls.)  
Gary Johansen, USOC Deputy General Counsel  
Jim Scherr, USOC Chief Executive Officer  
Mr. José M. Buxeda & Mr. Luis Sanz Hernández, Counsel for Mr. Landis

United States Anti-Doping Agency  
1330 Quail Lake Loop, Suite 260, Colorado Springs, CO 80906 ■ Tel: 719.785.2000 ■ Fax: 719.785.2001  
usada@usantidoping.org ■ www.usantidoping.org




---

## Facsimile Cover Sheet

**To:** Christian Varin, UCI  
J. de Ceaurriz

**Fax:** 41 24 468 58 12  
Fax: 33 1 46 60 30 17

**From:** Travis T. Tygart  
**Company:** U.S. Anti-Doping Agency  
**Address:** 1330 Quail Lake Loop, Suite 260  
Colorado Springs, Colorado 80906-4651 USA  
**Direct:** +719-785-2032  
**Fax:** +719-785-2001  
**e-mail:**  
**Date:** 7/31/2006  
**Re:** UCI File No. 29/06  
Tour de France, July 20, 2006  
Floyd Landis - Sample #995474

**Pages** (including 16  
this cover page):

**Comments:**

---

**CONFIDENTIALITY NOTICE**

The information contained in this facsimile transmittal sheet and document(s) that follow are for the exclusive use of the addressee and may contain confidential, privileged and non-disclosable information. If the recipient of this facsimile is not the addressee, or a person responsible for delivering this facsimile to the addressee, such recipient is strictly prohibited from reading, photocopying, distributing or otherwise using this facsimile transmission, or its contents, in any way. If the recipient has received this facsimile transmission in error, please call us immediately and return the facsimile transmission to us via the United States Postal Service. Thank you.

## FLOYD LANDIS

1. To:
  - USA CYCLING
  - To Mr Steve Johnson
  - By fax: +1 719 785 2028 / +1 719 866 4628
  
2. Copy:
  - (i) INTERNACIONAL CYCLING UNION (UCI)
    - To Mr Christian Varin
    - By fax: +41 24 468 5812
  - (ii) USADA
    - To Mr Travis Tygart
    - By fax: +1 719 785 2001
  - (iii) LNDD – Laboratoire National de Dépistage du Dopage
    - To Mr Jacques de Ceaurriz
    - By fax: +33 1 4660 3017
  - (iv) PHONAK HEARING SYSTEMS
    - To Mrs Monika Zuerchel
    - By fax: +41 55 2547011

31st July 2006

Dear Sirs:

I have received on the 26<sup>th</sup> July from my team PHONAK HEARING SYSTEMS copy of a letter sent by UCI that same day concerning my testing positive (T/E) in the Tour de France on the stage of the 20<sup>th</sup> July.

By means of this letter:

- (i) I formally require the B sample analysis, in accordance with articles 191 and following of the Anti-Doping Rules (ADR).
- (ii) I appoint as my legal representatives, Mr Luis Sanz Hernández and Mr José M<sup>e</sup> Buxeda Maisterra, lawyers in Madrid (Spain). I request that any formal communication concerning this issue is sent to the latter (Mr José M<sup>e</sup> Buxeda, MASONS BUXEDA MENCHEN ABOGADOS, calle José Ortega y Gasset, n<sup>o</sup> 29, 28006 – Madrid, T +34-914363325, F +34-914363329, e-mail: [jm.buxeda@mbm-abogados.com](mailto:jm.buxeda@mbm-abogados.com)). According to article 198 ADR, they will attend the opening of sample B.
- (iii) I appoint as the expert that will attend the sample B analysis on my behalf, Dr Douwe de Boer, Department of Clinical Chemistry, University Hospital Maastricht.
- (iv) I require a copy of the complete analysis report for sample A that should be sent to my legal representatives as soon as possible.

USADA 0239

- (v) I require from the medical services at the UCI a thorough endocrinological study, to be carried out in a specialised medical center in Europe and the United States.

Yours sincerely,



31/7/06

Floyd Landis  
Licence 0020272 - UCI Code USA 19751014

Châtenay-Malabry, le 1er août 2006

**TRANSMISSION DE TELECOPIE**

<b>Expéditeur :</b>  Jacques de CEARRIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage  Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	<b>Destinataire :</b>  M. DAUTRY <b>Organisme :</b>  CPLD  <b>Fax :</b> 01.40.62.76.85
---	--

Nombre de pages y compris celle-ci : 5

Monsieur,

Veuillez trouver ci-joint les demandes de contre-analyse relatives à l'échantillon n°995474B en provenance du Conseil de Floyd LANDIS et de l'Agence Antidopage Américaine.

Cette opération se déroulera du jeudi 3 août au samedi 5 août 2006.

Je vous prie de recevoir, Monsieur, mes cordiales salutations.

J. de CEARRIZ



Fac	Heure début	Util.	No tél. ou ID	Type	Pages	Mode	Etat
333	1/ 8 9:08....	1'21"	0140627685	Envoi.....	5/ 5	EC144	Terminé.....
Total		1'21"	Pages envoyées: 5	Pages imprimées: 0			



Châtouay-Malabry, le 1er août 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

<b>Expéditeur :</b> Jacques de CEAURIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage  Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	<b>Destinataire :</b> M. DAUTRY Organisme : CPLD  Fax : 01.40.62.76.85
---	--

Nombre de pages y compris celle-ci : 5

Monsieur,  
 Veuillez trouver ci-joint les demandes de contre-analyse relatives à l'échantillon n°995474B en provenance du Conseil de Floyd LANDIS et de l'Agence Antidopage Américaine.  
 Cette opération se déroulera du jeudi 3 août au samedi 5 août 2006.  
 Je vous prie de recevoir, Monsieur, mes cordiales salutations.

J. de CEAURIZ



**email direction LNDD**

---

**De:** Varin Christian - UCI [christian.varin@uci.ch]  
**Envoyé:** mardi 1 août 2006 09:51  
**À:** email direction LNDD  
**Objet:** RE : Date contre-expertise echantillon n°995474

Cher Dr. De Ceaurriz,

nous nous référons à la communication de USADA confirmant que la contre analyse pourra avoir lieu jeudi, vendredi et samedi ( 3 au 5 août 2006)

pourriez-vous confirmer à toutes les parties que la contre analyse débutera à 9hoo précise?

L'UCI désignera Martial Saugy en qualité d'expert.

Bien cordialement!

Christian Varin

----- Message d'origine-----

De: email direction LNDD [mailto:direction@lndd.com]  
Date: lun. 31/07/2006 18:28  
À: Varin Christian - UCI  
Objet : Date contre-expertise echantillon n°995474

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, veuillez trouver ci-joint les dates de la contre-expertise de l'échantillon n°995474 (rapport d'analyse n°178/07-1) :

Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006

Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006

Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 08 septembre 2006

Cordiales salutations

J. de CEARRIZ

---

Orange vous informe que cet e-mail a été contrôlé par l'anti-virus mail. Aucun virus connu à ce jour par nos services n'a été détecté.

**email direction LNDD**

---

**De:** D Boer de [DDB@kche.azm.nl]  
**Envoyé:** mardi 1 août 2006 16:57  
**À:** Direction@lndd.com  
**Cc:** servicioslegales\_abogados@hotmail.com  
**Objet:** B-sample analysis Landis

Dear Dr. de Ceaurriz,

This is to inform you that on thursday August 3, I will be present in your laboratory to witness a B-sample procedure regarding Landis. At the beginning of the B-sample procedure, a legal representative of Landis will confirm my mandate.

As far as I understood the procedure will start at 9:30 and will continue untill saturday August 5.

Because I did not receive through the representative of the athlete yet a copy of the Laboratory Documentation Package of the A-sample analysis, I would appreciate if you could make such a copy available at the beginning of the B-sample procedure.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer  
Department of Clinical Chemistry  
University Hospital Maastricht  
Visiting address:  
Prof. Debyelaan 25  
6229 HX Maastricht  
Mail address:  
PO Box 5800  
6202 AZ Maastricht  
The Netherlands  
Phone: +31-43-3876696  
Fax: +31-43-3874667  
e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*  
This email and any attachments may contain confidential or privileged information and is intended for the addressee only. If you are not the intended recipient, please immediately notify us by email or telephone and delete the original email and attachments without using, disseminating or reproducing its contents to anyone other than the intended recipient. The azM shall not be liable for the incorrect or incomplete transmission of this email or any attachments, nor for unauthorized use by its employees.  
\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

---

Orange vous informe que cet e-mail a ete controle par l'anti-virus mail.  
Aucun virus connu a ce jour par nos services n'a ete detecte.

Dr Douwe de Boer  
Department of Clinical Chemistry  
University Hospital Maastricht  
Maastricht, The Netherlands  
tel: +31-43-3876696  
fax: +31-43-3874667  
e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

---

**TELEFAX MESSAGE**

**To:** Prof. Jacques de Ceaurriz  
LNDD

**Telefax number:** +33-1-46 60 30 17

**Subject:** B-sample analysis

**Date:** 02-08-06

**Number of pages:** 2 (including front page)

---

Dear Prof. Ceaurriz,

Yesterday, I tried to send you an e-mail message which was returned without a successful delivery.

Today, I send you a copy of that message by fax.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer



D Boer de - B-sample analysis Landis

py LANDIS 06 u

**Van:** D Boer de  
**Aan:** Direction@lndd.com  
**Datum:** 01-08-06 16:56  
**Onderwerp:** B-sample analysis Landis

Dear Dr. de Ceaurriz,

This is to inform you that on thursday August 3, I will be present in your laboratory to witness a B-sample procedure regarding Landis. At the beginning of the B-sample procedure, a legal representative of Landis will confirm my mandate.

As far as I understood the procedure will start at 9:30 and will continue untill saterday August 5.

Because I did not receive through the representative of the athlete yet a copy of the Laboratory Documentation Package of the A-sample analysis, I would appreciate if you could make such a copy available at the beginning of the B-sample procedure.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer  
Department of Clinical Chemistry  
University Hospital Maastricht  
Visiting address:  
Prof. Debyelaan 25  
6229 HX Maastricht  
Mail address:  
PO Box 5800  
6202 AZ Maastricht  
The Netherlands  
Phone: +31-43-3876696  
Fax: +31-43-3874667  
e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

**CC:** servicioslegales\_abogados@hotmail.com

**email direction LNDD**

---

**De:** email direction LNDD [direction@lndd.com]

**Envoyé:** mardi 1 août 2006 11:47

**À:** 'christian.varin@uci.ch'; 'usada@usantidoping.org'; 'm.buxeda@mbm-abogados.com'

**Objet:** Contre analyse Landis

This e-mail is to inform you that the counter-analysis of sample B 995474 will start on Thursday August 3 at 9 a.m in the LNDD and will conclude on Saturday, August 5, 2006.  
Please note that the athlete will be represented by Mr José M. BUXEDA and Dr Douwe de Boer, USADA by Caroline HATTDN and UCI by Dr Martial SAUGY.

Sincerely,

J. de CEARRIZ

01/08/2006

USADA 0247

21

**email direction LNDD**

---

**De:** email direction LNDD [direction@lndd.com]  
**Envoyé:** mercredi 2 août 2006 10:08  
**À:** 'ddb@lche.azm.nl'; 'ddb@klinchem.azm.nl'  
**Objet:** Contre Analyse Landis

Dear Dr de BOER,

This e-mail is to inform you that the full laboratory documentation package of the A sample analysis is available and will be given to the experts at the beginning of the B-sample procedure.

With best regards,

J. de CEARRIZ

02/08/2006

USADA 0248

22

LNDD	· ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-03 Version : C Date : 11/04/2005 1/1
PROGRAMMATION D'UNE CONTRE-EXPERTISE		

N° rapport concerné : ...178107-1

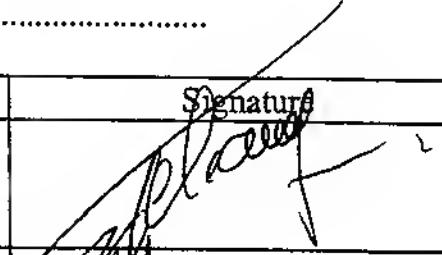
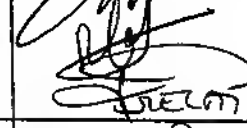
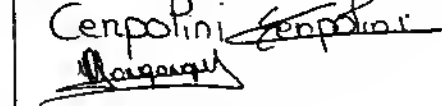
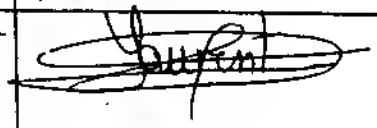
N° d'échantillon concerné : ...995474.....

Produit(s) soumis à l'analyse :

T.I.E.....

Date retenue pour l'analyse : ...../...../..... 03/04/05 août 2006

Département(s) concerné(s) : .....

Personnes concernées	Signature
Directeur : J. De Courrijs	
Analyste : Ruddy Barlaque Clara Frelat	
Chef de département : Adjoint Adjoint	Cenpolini 
CDLT : Adjoint Aurélie Laurent	

Documents à fournir :

- E-CE-01 : Formulaire d'ouverture de l'échantillon B
- E-CE-02 : Remise sous scellé en cours de Contre-expertise
- E-CE-05 : Fiche de suivi de résultat d'une contre-expertise
- annexes des documents administratifs de la série de l'échantillon concerné
- dossier d'analyse positif
- courriers (demandes d'analyse et réponses)

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de contre-expertise

August 3, 2006

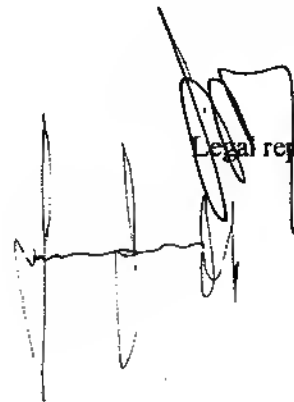
We undersigned, Dr. Douwe De Boer and Mr Jose M. Boxeda, recognize to have received the full documentation package (207 pages) of sample A n° 995474 from the LNDD, Thursday August 3 2006, at the beginning of the procedure of counter-analysis of the corresponding B sample.

Dr. Douwe De Boer



Expert

Mr Luis Sonz  
Mr Jose M. Boxeda



Legal representative



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : C Date : 05/12/2005 1/2
Formulaire d'ouverture de l'échantillon B		

Demande faite par : USADA / DCI ..... Le(s) : 31/07/2006 ,  
Date : 03/08/2006 .

Identification des personnes présentes : legal representatives USADA OSADA representatives

Laboratoire		Personne		Date	
Nom : <u>de CE DEBZ</u>	<u>MONGONGU Cenpolini</u>	<u>FREMI Barlaque</u>	<u>MR. SAUNDHAY MR. JAYEDA MANTROSA</u>	<u>D. de Boer</u>	<u>CAROLINE HATTON MARTIAL SAUBY UCI EXPERT</u>
Signature :	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>

Destockage du flacon A : Date : 03/08/06 Heure : 9 h...12 Opérateur : 18.....

Destockage du flacon B : Date : 03/08/06 Heure : 9 h...12 Opérateur : 18.....

Lieu de déstockage : Chambre froide n° 5

Conditions de stockage du flacon B : -80°C  -20°C  +4°C

Système : Versapak  Berlinger  Autre  ..... N° B : 995474 .....

Nature du milieu biologique : urine .....

Identification : Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui  Non

Intégrité des scellés : Oui  Non

Validation (Signatures) : legal representatives USADA OSADA representatives

Laboratoire		Personne indépendante		Date	
<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>

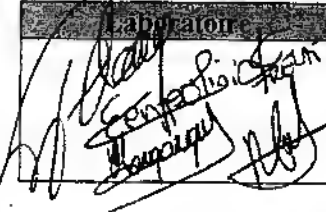
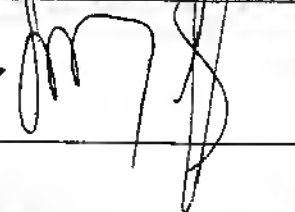
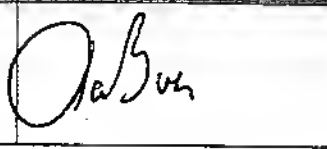
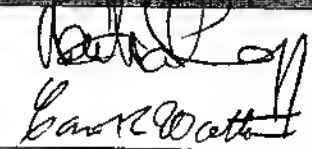
LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : C Date : 05/12/2005 2/2
<b>Formulaire d'ouverture de l'échantillon B</b>		

**Ouverture :**

N° du flacon : B.995676...

Volume : ..45..mL (approximativement)  
(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

**Validation (Signatures) :**

Laboratoire	Légal représentant	Expert	UCI of USAID representative
 <i>Confidential</i> <i>Handwritten</i>			

**Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.**

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : B Date : 22/08/2005 1/2
<b>TRACABILITE DES FLACONS A ET B</b>		

N° de Série : 178/07

**Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):**

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure
V21	20/07/06 à 21h35	-	-

**Stockage après enregistrement :**

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu
A	V21	20/07/2006 - 22h15	CH.FR.1 (+4°C)
B	V21	20/07/2006 - 22h15	CH.FR3 (-20°C)

**Chaîne de possession des flacons A:**

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
21/07/2006 - 7h25	44	Salle 107	Destockage pour mise en tube EPO
21/07/2006 - 8h10	44	Salle 107	Mise en tube EPO
21/07/2006 - 9h10 Mise en tube n°1	19	Salle 006	Mises en tube pour : ES02/ES02C - BBS/EPH ES03 - CD ES03B - LCH ES04/ES05 - H/MS2 ES06 - IMMUNO ES08B - COLORIMETRIE
21/07/2006 - 09h25	19	CH.FR.1 (+4°C)	Stockage
22/07/2006 - 09h05	18	S. 103 (ambient)	Mise à l'ambient
22/07/2006 - 10h50	18	S. 103 (ambient)	Mise en tube pour la confirmation T/E
22/07/2006 - 11h20	49	S. 104 (ambient)	Mise en tube pour la confirmation IRMS
22/07/2006 - 12h45	18	CH.FR.1 (+4°C)	Stockage
23/07/2006 - 14h30	28	S. 103 (ambient)	Mise à l'ambient
23/07/2006 - 15h00	28	S. 103 (ambient)	Re- Mise en tube pour la confirmation T/E
23/07/2006 - 17h00	28	CH.FR1 (+4°C)	Stockage
24/07/2006 - 08h20	18	CH.FR5 (-20°C)	Stockage

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

USADA 0253

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : B Date : 22/08/2005 2/2
<b>TRACABILITE DES FLACONS A ET B</b>		

**Chaîne de possession des flacons B:**

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
28/07/2006 – 15h45	V08	CH.FR5 (-20°C)	Stockage
03/08/2006 - 9h12	18	Ambiant	Destockage pour décongélation
03/08/2006 – 11h03	26	S004 (Ambiant)	Mise en tube pour la confirmation EC31
03/08/2006 – 11h05	23	S103 (Ambiant)	Mise en tube pour la confirmation EC24D
Flacon vide – pas de remise sous scellé			

*Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.*

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : B Date : 22/08/2005 1/3
<b>TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B</b>		

N° de Série : 178/07

Chaîne de possession des aliquotes A: Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
21/07/2006 09h30	Aliquote ES02/ES02C	45	Préparation	
21/07/2006 18h44	Aliquote ES02	24 / 18	Analyse GC/MS sur MSD15	24 : Préparation appareil 18 : Lecture
22/07/2006 03h02	Aliquote ES02C	24 / 17	Analyse GC/MS sur MSD12	24 : Préparation appareil 17 : Lecture
21/07/2006 10h15	Aliquote ES03	22	Préparation	
21/07/2006 17h08	Aliquote ES03	20	Analyse HPLC/MS sur LCMS4	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 09h30	Aliquote ES03B	19	Préparation	
21/07/2006 16h55	Aliquote ES03B	19 / 27	Analyse HPLC/MS/MS sur LCQ2	19 : Préparation appareil 27 : Lecture
21/07/2006 09h40	Aliquote ES04/ES05	35	Préparation	
21/07/2006 19h36	Aliquote ES04	37 / 18	Analyse GC/MS sur MSD18	37 : Préparation appareil 18 : Lecture
21/07/2006 20h01	Aliquote ES05	18	Analyse GC/MS/MS sur Polaris1	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h59	Aliquote ES06	41	Analyse Immuno	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h30	Aliquote ES08B	16	Analyse PS	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 13h50	Aliquote ES08	16	Préparation	
22/07/2006 14h26	Aliquote ES08	16	Analyse GC/MS sur MSD21	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 08h10	Aliquote ES07	44	Préparation	
23/07/2006 09h41	Aliquote ES07	44	Analyse EPO	

USADA 0255

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : B Date : 22/08/2005 2/3
<b>TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B</b>		

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
22/07/2006 10h50	Aliquote EC24D	18	Préparation	Confirmation GC/MS T/E
22/07/2006 18h02	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé
22/07/2006 18h33	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote non hydrolysé
22/07/2006 11h20	Aliquote EC31	49	Préparation	Confirmation IRMS
23/07/2006 11h33	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h42	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 13H47	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 14H33	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Dilution et 2 <sup>ème</sup> analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h24	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 13h56	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h25	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h00	Aliquote EC24D	28	Préparation	2eme Confirmation T/E
24/07/2006 13h28	Aliquote EC24D	28	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

**Chaîne de possession des aliquotes B:**

**Echantillon 995474**

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
03/08/2006 11h05	Aliquote EC24D	23	Préparation	Confirmation T/E
03/08/2006 19h45	Aliquote EC24D	23	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

USADA 0256

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : B Date : 22/08/2005 3/3
<b>TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B</b>		

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
03/08/2006 11h03	Aliquote EC31	26	Préparation	Confirmation IRMS
03/08/2006 13h54	Aliquote EC31 Fraction 3	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 14h59	Aliquote EC31 Fraction 1	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 16h03	Aliquote EC31 Fraction 2	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 17h48	Aliquote EC31 Fraction 3	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
03/08/2006 19h18	Aliquote EC31 Fraction 1	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
03/08/2006 20h47	Aliquote EC31 Fraction 2	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	

USADA 0257

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

TELEPHONE

USADA 0258



USADA 0259

## FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES

N° de laboratoire :	178107	N° échantillon :	995476
Produit(s) confirmé(s) :	Testosterone / Epitestosterone		
pH mesuré en conf :	5,18	Densité affichée en conf :	1,025
		Réfractomètre n° :	2
		* Densité corrigée :	1,025

Essai n° :	EC		
Mode opératoire de préparation :	M-EX-	Version :	
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version :	
CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>	CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>

Essai n° :	EC 24D		
Mode opératoire de préparation :	M-EX-04B	Version :	E
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-27	Version :	C
CG/SM (SIM) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>
CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>		
Concentration estimée :	T = 61,7 ng/ml // E = 5,7 ng/ml // T/E = 11		
* Concentration corrigée :	Testo : 15,7 ng/ml Epi : 1,2 ng/ml		

Essai n° :			
Mode opératoire de préparation :		Version :	
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version :	
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée :			
* Seuil corrigé :			

ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		

Code opérateur de l'analyste : 23	Code opérateur du responsable : 18
Date et paraphe : 04/08/06	Date et paraphe : 06/08/06
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :	

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

\* à remplir par le responsable

USADA 0260

32

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B
		Version : E Date :01/12/2005 1 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés.

Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether	Hydrolyse	Extraction - évaporation - dérivation
	<i>étapes en gris clair</i>	<i>étapes en trait épais</i>	<i>étapes en trait normal</i>
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations

Prise d'essai = 2 mL

Ajouter 50 µL de S1

Prendre 2 mL de l'aliquote

Centrifuger à 4000 tr/min

Prendre 2 mL de la phase éthérée

Prendre 2 mL de la phase éthérée

Prendre 2 mL de la phase éthérée

Prendre 2 mL de la phase éthérée

Matériel

Tube à vis (13\*100)  
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Dispensette  
Rolling

Centrifugeuse 4000tr/min

Pipette Pasteur  
Poire de prélèvement

Bain à sec

Becher

Tube échantillon Gilson (12.5\*100)  
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Pipette à poussée positive  
Cône eppendorf

Réactifs et produits

Diethylether (S06)

APPLICABLE le

01 DEC. 2005

Azote

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

17aMethyltestosterone  
(SI3-) à 4mg/L

SPECIMÉ

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX-04B Version : E Date :01/12/2005 2 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

Ajouter la (ou les ) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	
Ajuster à pH =7	Papier pH 0-14 Vortex	Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH
Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5	Pipette Biohit 1-5mL, cône	Tampon pH=6.5 à +4°C (cf M-P-05)
Agiter	Vortex	
Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser	Compte gouttes	betaglucuronidase à +4°C ( b-glu)
Boucher et agiter 1 sec	Vortex	
Hydrolyser 60 min à 55°C	Etuve	
Centrifuger 5 min	Centrifugeuse 4000tr/min	
Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)	Gilson Cartouche SPE C18 Tube recueil Gilson (12.5* 100)	
Transvaser les éluats	Tube à vis (13*100)	
Evaporer environ 30 min	Bain à sec à 60°C, soufflettes	Azote
Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H	Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL	Réactif H2 (cf M-P-03B)
Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A	Vial plastique	

SPECIMEN

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 3 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	<i>[Signature]</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	<i>[Signature]</i>
vérifié par	Aurélien LAURENT	01/12/2005	<i>[Signature]</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	01/12/2005	<i>[Signature]</i>

**ÉVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
B	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote ecbantillon ...	01/12/2005

SPECIMEN

LNDD	ENREGISTREMENT		Codification : E-TE-03A Version : M Date : 13/09/2005	
			FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES POUR LA CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC	
			Echantillon : <u>178/07 395476</u> Mode opératoire d'extraction : <u>M-EX-04B</u>	

Date	Appareil	Température en °C	Valeur affichée	Paraphe
03/08/06	pHmet n° : 7	21,8	5,18	<i>[Signature]</i>
03/08/06	Refract n° 2		1,025	<i>[Signature]</i>

Date de mise à l'ambient de l'échantillon : 03/08/06 Heure de mise à l'ambient : 9H12

Prise d'essai PE : 2 mL Heure de la PE : 11H05 Paraphe : *[Signature]*

Echantillon	Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)	Vol eau ajouté (en mL)
			1/1	2 mL	
Blanc	45	1,022	1/1	2 mL	

Substance (TP, REF, SI ...)	Code sol ref	Conc sol ref	Volume prélevé en µL						Conc ref dans PE en µg/mL								
			1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6			
SI : <i>met hyl testosterone</i>	SI3-046.7	4 mg/L	50									100					
Testosterone	H10-035-2	1 mg/µl	4									2					
Epitestosterone	H7-032-1.1	1 mg/µl	4									2					
Testosterone	H10-034-1	10 mg/µl	6									30					
Epitestosterone	H7-033-1.1	1 mg/µl	10									5					
Testosterone	H10-035	100 mg/µl	36									180					
Epitestosterone	H7-032-2	10 mg/µl	6									30					
Testosterone	H10-034	100 mg/µl	7,2									360					
Epitestosterone	H7-033-2	10 mg/µl	12									60					

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	03/08/06	11H45	12H05		
Evaporation	03/08/06	12H30	13H00	Bain à sec n° : <u>à froid</u>	
Incubation	—	—	—	T (°C) : —	
Mise à pH	03/08/06	13H05		Code tampon : T130706-07	<u>23</u>
Hydrolyse	03/08/06	13H10	14H10	Dlu enzyme : 01/09/06. Etuve n° : 5	
Extraction	03/08/06	14H20	15H25	Dlu NH <sub>4</sub> OH : RT : Gilson n° : 1	
Stockage	—	—	—	Lieu : —	<i>[Signature]</i>
Evaporation	03/08/06	15H30	16H00	Bain à sec n° : 17	
Dérivation	03/08/06	16H05	16H25	Dérivation 1 Bain à sec n° : 13 Micro onde Code ou dlu du réactif 1 : 15/08/06. Dérivation 2 Bain à sec n° : Dlu réactif 2 :	
Evaporation	—	—	—	Bain à sec n° : —	
Reprise	—	—	—		
Stockage	—	—	—	Lieu : —	

dlu : date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

-----  
 TOPLEVEL PARAMETERS  
 -----

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

- (X) Save Copy of Method With Data
- ( ) Pre-Run Cmd/Macro =
- (X) Data Acquisition
- (X) Data Analysis
- ( ) Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

-----  
 END OF TOPLEVEL PARAMETERS  
 -----

-----  
 INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS  
 -----

Sample Inlet: GC  
 Injection Source: GC ALS  
 Mass Spectrometer: Enabled

=====  
 == 6890 GC METHOD  
 =====

OVEN

Initial temp: 160 'C (On)  
 Initial time: 0.00 min

Maximum temp: 325 'C  
 Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	4.00	255	0.00
2	30.00	300	2.75
3	0.0(Off)		

Post temp: 0 'C  
 Post time: 0.00 min  
 Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

Mode: Split  
 Initial temp: 280 'C (On)  
 Pressure: 170.0 kPa (On)  
 Split ratio: 12.1:1  
 Split flow: 11.3 mL/min  
 Total flow: 14.8 mL/min  
 Gas saver: Off  
 Gas type: Helium

BACK INLET ( )

COLUMN 1

COLUMN 2

Method: MAN27.M

Thu Aug 03 14:52:27 2006

Page:1

USADA 0265

3

(not installed)

Capillary Column  
Model Number: Agilent 19091Z-002  
HP-1, 0.2mm \* 25m \* 0.11um  
Max temperature: 350 'C  
Nominal length: 25.0 m  
Nominal diameter: 200.00 um  
Nominal film thickness: 0.11 um  
Mode: constant pressure  
Pressure: 170.0 kPa  
Nominal initial flow: 0.9 mL/min  
Average velocity: 40 cm/sec  
Inlet: Front Inlet  
Outlet: MSD  
Outlet pressure: vacuum

FRONT DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz  
Type: test plot  
Save Data: Off  
Zero: 0.0 (Off)  
Range: 0  
Fast Peaks: Off  
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1  
(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater  
Description: Interface  
Initial temp: 280 'C (On)  
Initial time: 0.00 min  
# Rate Final temp Final time  
1 0.0(Off)

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz  
Type: test plot  
Save Data: Off  
Zero: 0.0 (Off)  
Range: 0  
Fast Peaks: Off  
Attenuation: 0

COLUMN COMP 2  
(No Detectors Installed)

POST RUN  
Post Time: 0.00 min

TIME TABLE  
Time

Specifier

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes 0  
Sample Pumps 0  
Injection Volume 2.0 microliters  
Syringe Size 10.0 microliters  
PostInj Solvent A Washes 3  
PostInj Solvent B Washes 3  
Viscosity Delay 0 seconds  
Plunger Speed Fast  
PreInjection Dwell 0.00 minutes  
PostInjection Dwell 0.00 minutes

Back Injector:  
No parameters specified

MS ACQUISITION PARAMETERS



General Information  
-----

Tune File : atune.u  
Acquisition Mode : SIM

MS Information  
-----

Solvent Delay : 2.50 min  
EM Absolute : False  
EM Offset : 400  
Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1  
Group ID : 1  
Resolution : Low  
Plot 1 Ion : 301.3  
Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
( 209.3, 50) ( 301.3, 50) ( 327.3, 50)  
( 341.3, 50) ( 417.3, 50) ( 431.3, 50)  
( 432.4, 50) ( 446.4, 50) ( 522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C  
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS  
-----

DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings  
-----

Sort By: Signal

Output Destination  
Screen: No  
Printer: Yes

Method: MAN27.M

Thu Aug 03 14:52:27 2006

Page:3 39

USADA 0267

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quanti T/E

Calibration Last Updated: Thu Aug 03 09:24:50 2006

Reference Window: 2.00 Minutes

Non-Reference Window: 1.00 Minutes

Correlation Window: 0.10 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) Methyltestosterone (ISTD TR)  
Ret. Time 20.90 min., Extract & Integrate from 20.40 to 21.40 min.

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	100.000	4741732
2	100.000	3738708
3	100.000	4816134

ISTD conc: 100.000 ng/mL  
Curve Fit: Linear

2) Epitestosterone ( )  
Ret. Time 18.49 min., Extract & Integrate from 17.99 to 18.99 min.

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	5.000	129729
2	30.000	534747
3	60.000	1904191

Curve Fit: Linear, forced through origin

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search	Minimum Quality
DEMO.L	0

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes  
Printer: No  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Page: 41

USADA 0269

Reference Window: 2.00 Minutes  
Non-Reference Window: 1.00 Minutes  
Correlation Window: 0.10 minutes  
Default Multiplier: 1.00  
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

-----  
1) Methyltestosterone (ISTD TR)  
Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 301.30 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	100.000	3782021
2	100.000	3011193
3	100.000	3783290

Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL  
Curve Fit: Linear

-----  
2) Epitestosterone ( )  
Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	5.000	294592
2	30.000	1324358
3	60.000	3442296

Qualifier Peak Analysis ON  
Curve Fit: Linear

-----  
3) Testosterone ( TR)  
Ret. Time 19.30 min., Extract & Integrate from 18.80 to 19.80 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	30.000	1845917
2	180.000	7860237
3	360.000	20557109

Qualifier Peak Analysis ON

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

---

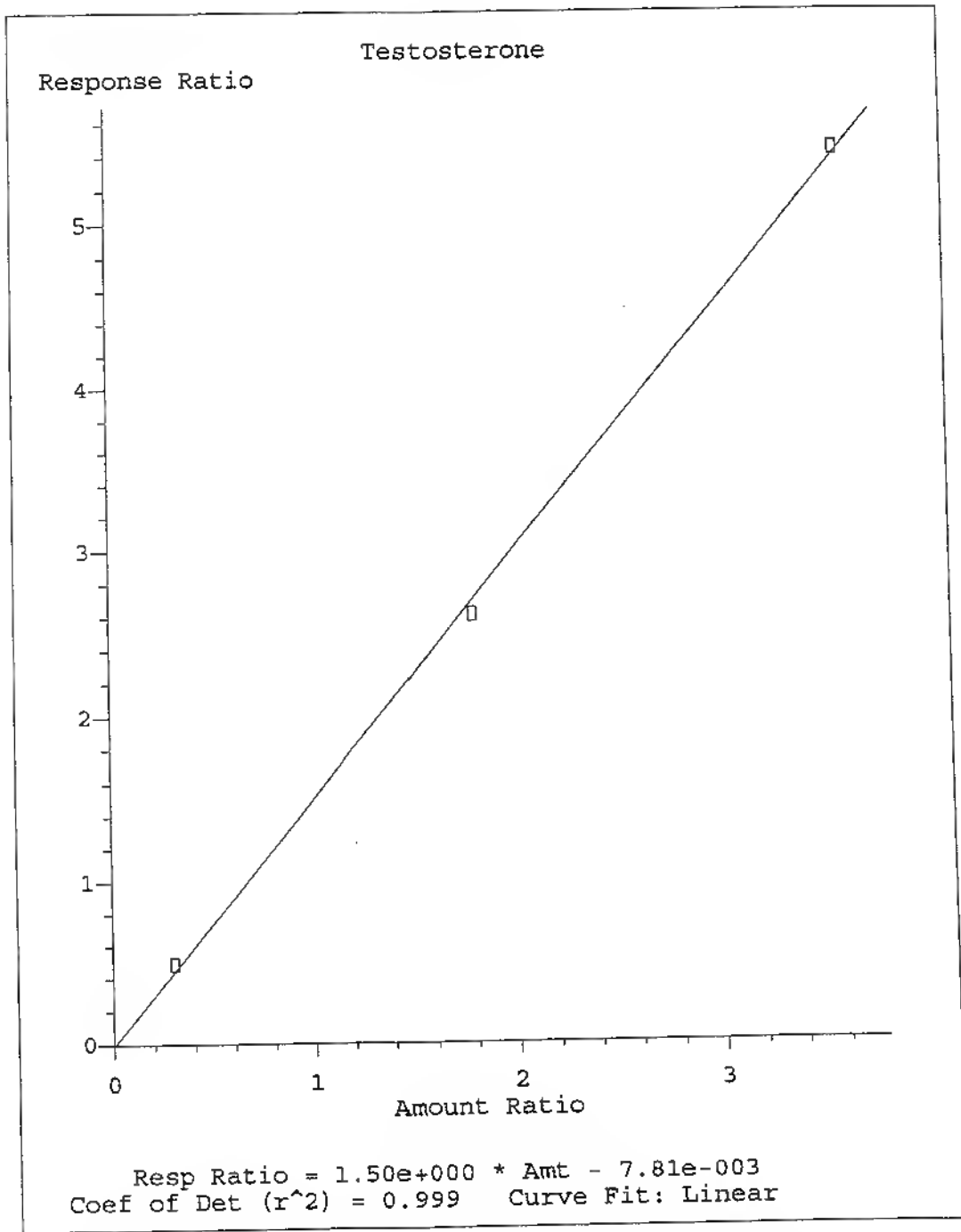
Fri Aug 04 07:32:57 2006

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\0308.S  
 Comment:  
 Operator: 23  
 Data Path: D:\msd20\out06\0308\  
 Pre-Seq Cmd:  
 Post-Seq Cmd:

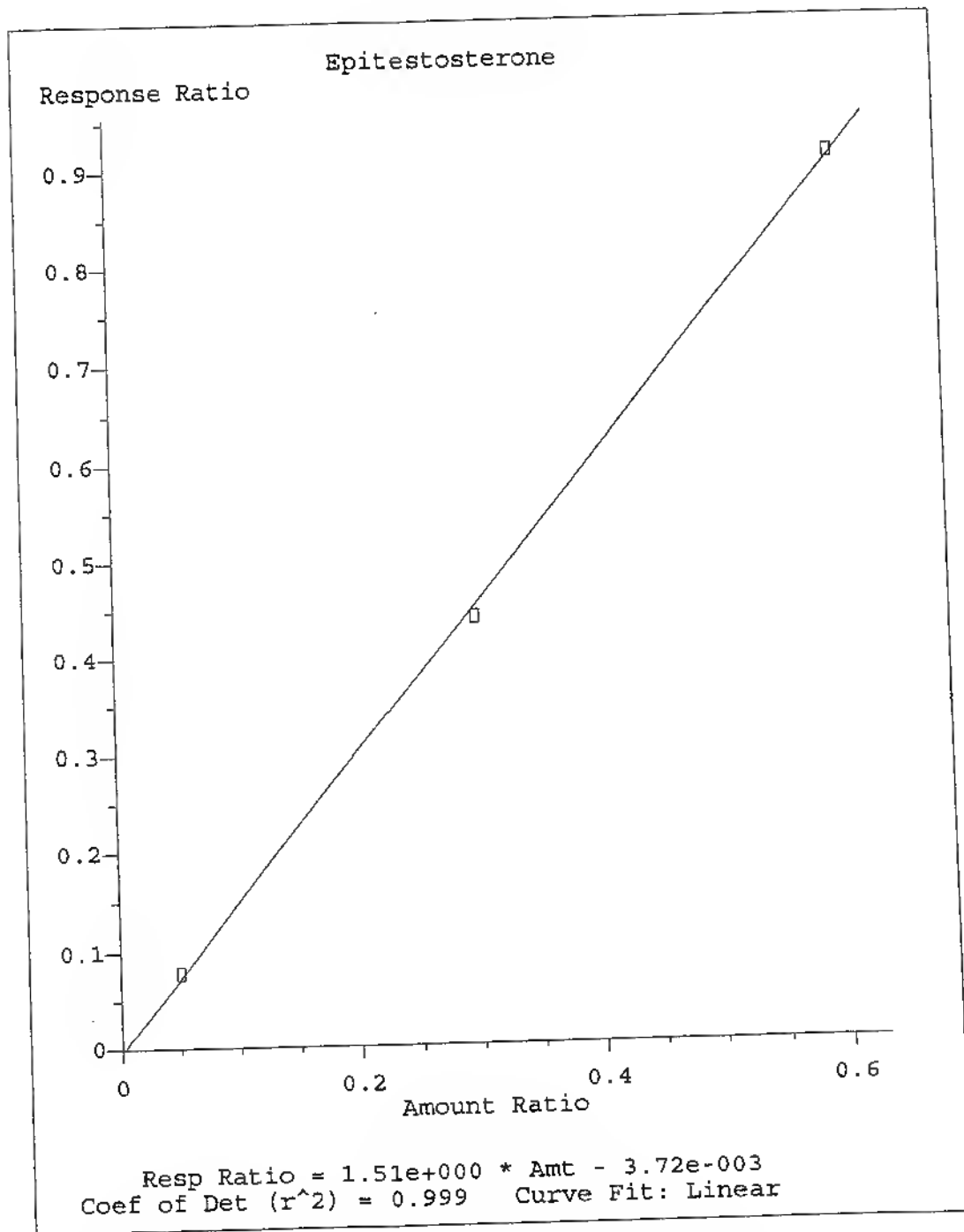
Method Sections To Run      On A Barcode Mismatch  
 Full Method                     Inject Anyway  
 Reprocessing Only             Don't Inject

Line	Type	Vial	DataFile	Method	Sample Name
1	Sample	1	R1	MAN27	itms
2	Sample	2	TPTE	MAN27	TP TE 2
3	Sample	1	R2	MAN27	itms
4	Sample	3	BLUTE	MAN27	BLU TE
5	Sample	4	1780774A	MAN27	B 178/07 995474 TE
6	Sample	5	1780774B	MAN27	B 178/07 995474 TE
7	Sample	6	1780774C	MAN27	B 178/07 995474 TE
8	Sample	7	1780774S	MAN27	B 178/07 995474 ssh TE
9	Sample	1	R3	MAN27	itms
10	Sample	8	BLURTE	MAN27	BLU TE
11	Sample	9	REF1TE	MAN27	BLU + T30 E5
12	Sample	10	REF2TE	MAN27	BLU + T180 E30
13	Sample	11	REF3TE	MAN27	BLU + T360 E60
14	Sample	12	CQTE	MAN27	CQ TE 001

Séquence vérifiée par : .....23.....  
 Remarques : .....  
 .....



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M  
Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006

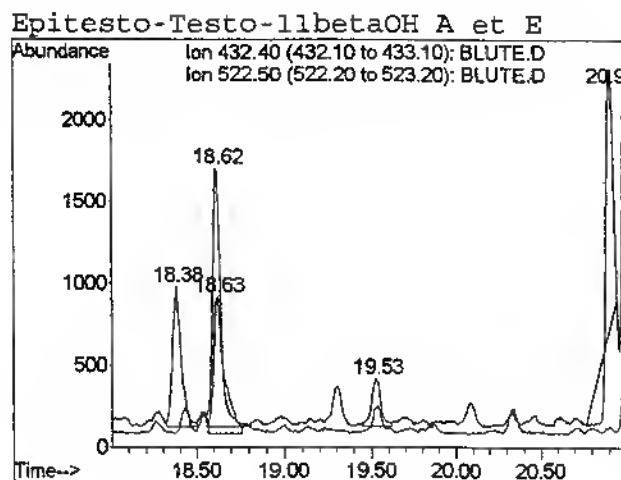
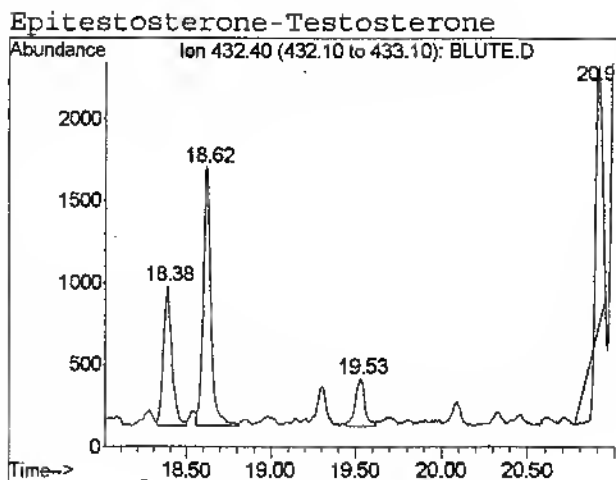
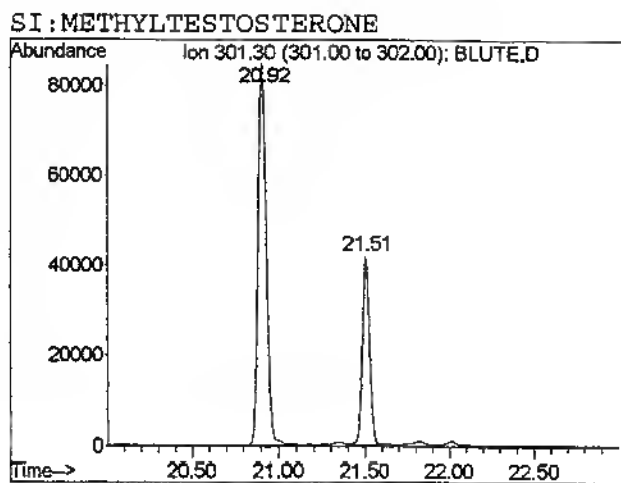
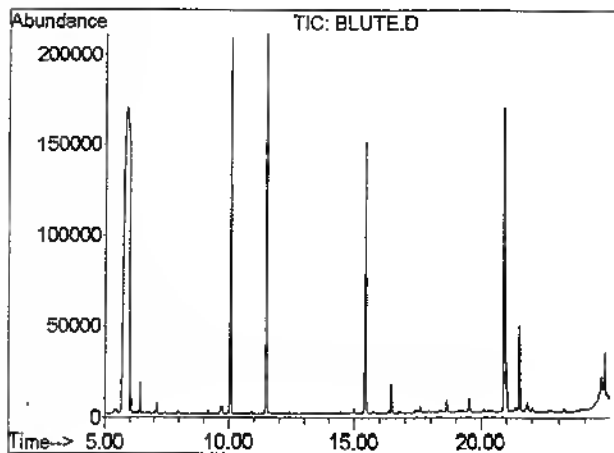


Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M  
Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006



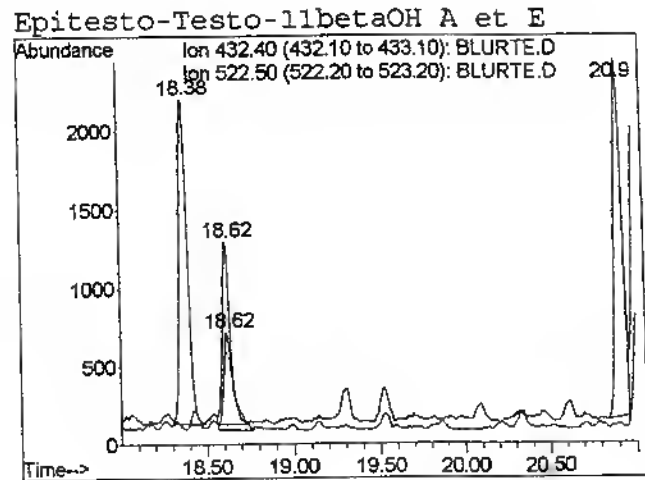
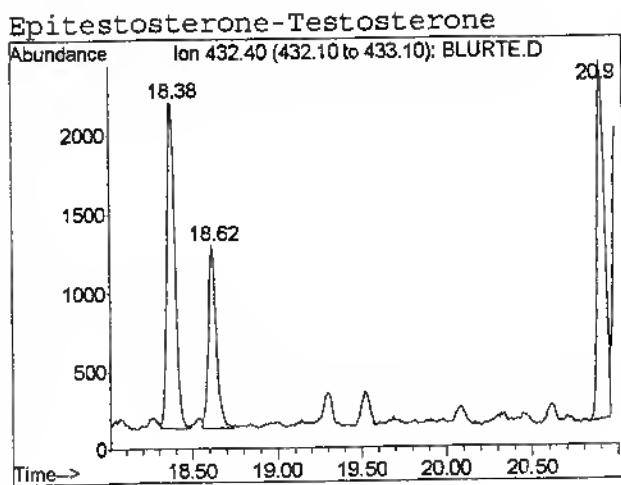
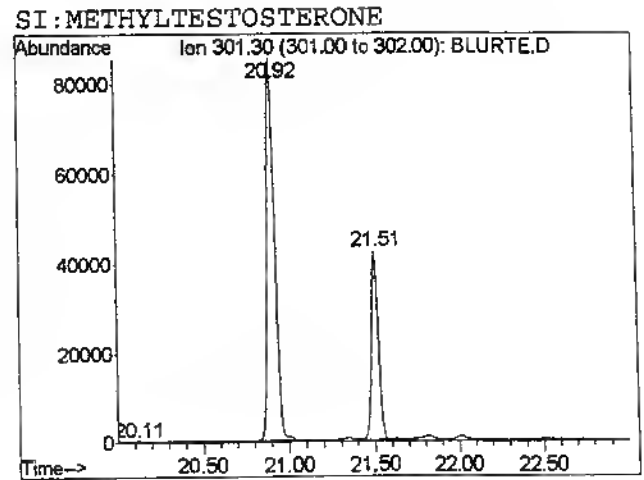
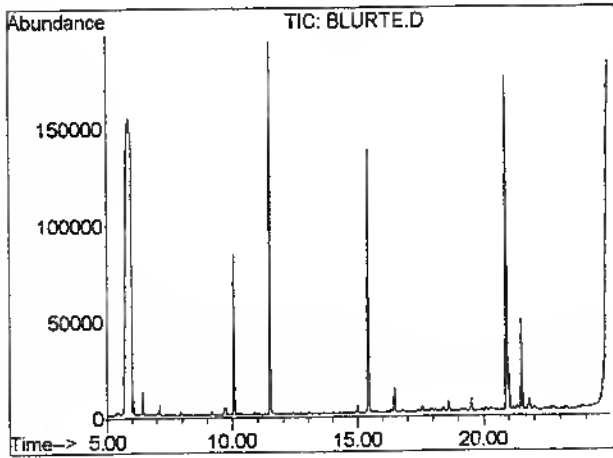
File: D:\msd20\acout06\0308\BLUTE.D  
Operator: 23  
Date Acquired: 3 Aug 2006 18:12  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: BLU TE  
Misc Info:  
Vial Number : 3

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



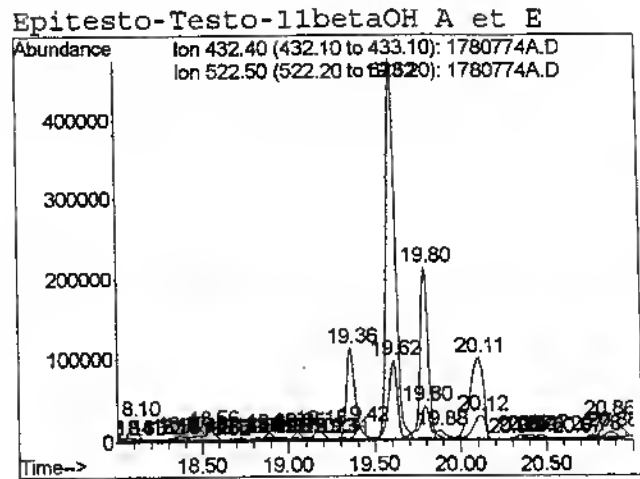
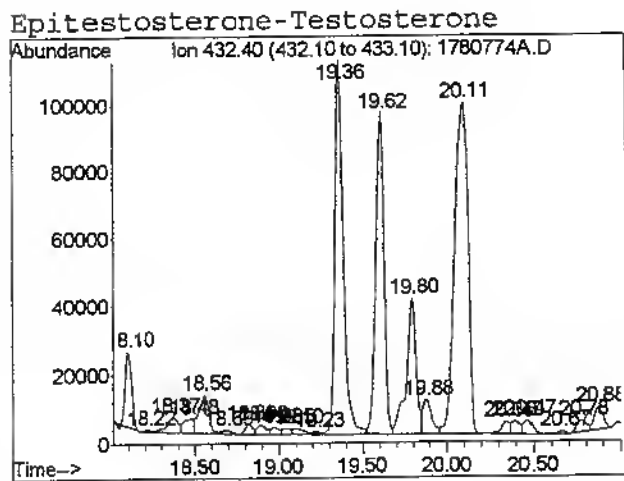
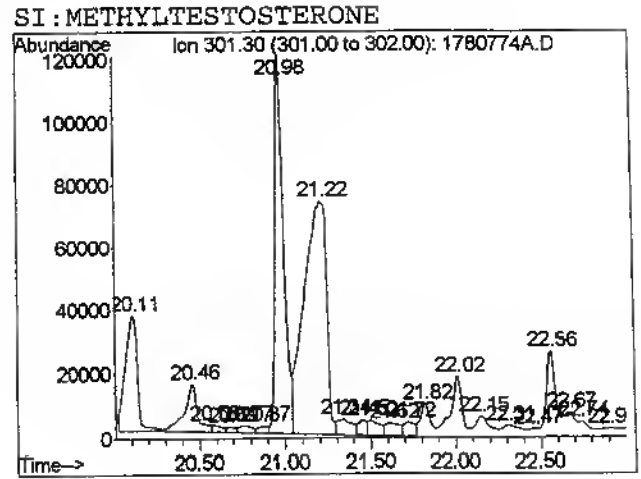
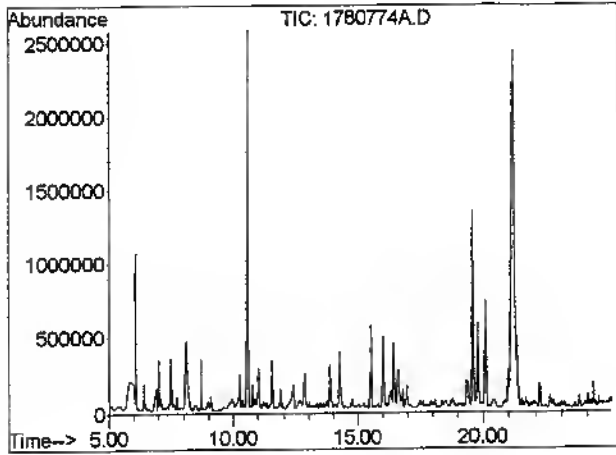
File: D:\Msd20\acout06\0308\BLURTE.D  
Operator: 23  
Date Acquired: 3 Aug 2006 21:18  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: BLU TE  
Misc Info:  
Vial Number : 8

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



File: D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774A.D  
 Operator: 23  
 Date Acquired: 3 Aug 2006 18:43  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: B 178/07 995474 TE  
 Misc Info:  
 Vial Number : 4

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



**Data File Path** D:\MSD20\AOUT06\0308\  
**Data File Name** 1780774A.D  
**Operator** 23  
**Date Acquired** 8/3/2006 18:43  
**Acq. Method File** MAN27  
**Sample Name** B 178/07 995474 TE  
**Vial Number** 4  
**Calibration Title** Quantification du rapport T/E  
**Last Calibration Update** Fri Aug 04 07:32:46 2006

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.98	301.3	Methyltestosterone	3971127	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	342595	5.94	ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3733052	63.15	ng/mL

**Calcul du rapport T/E**

Surface	Concentration
10.9	10.6

Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\  
Data File Name 1780774B.D  
Operator 23  
Date Acquired 8/3/2006 19:14  
Acq. Method File MAN27  
Sample Name B 178/07 995474 TE  
Vial Number 5  
Calibration Title Quantification du rapport T/E  
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

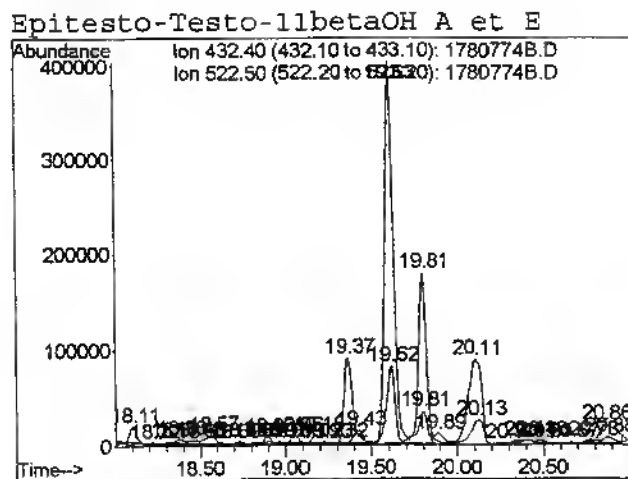
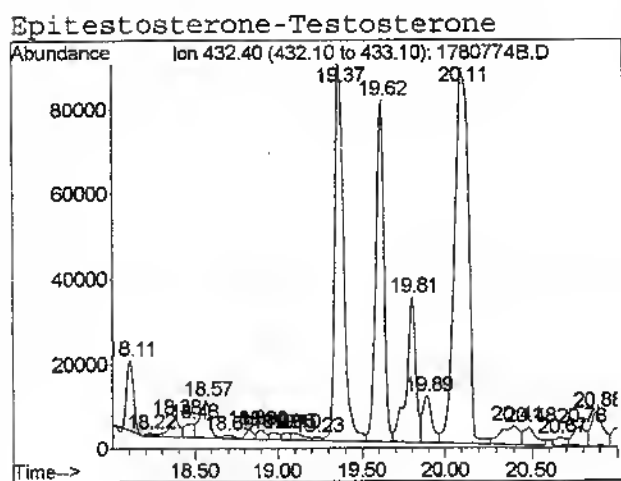
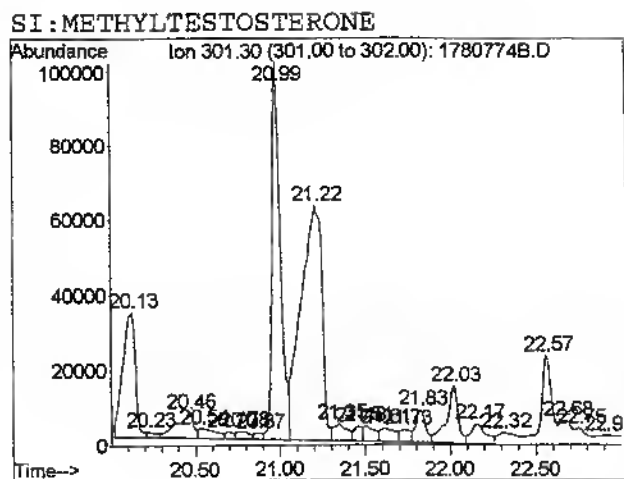
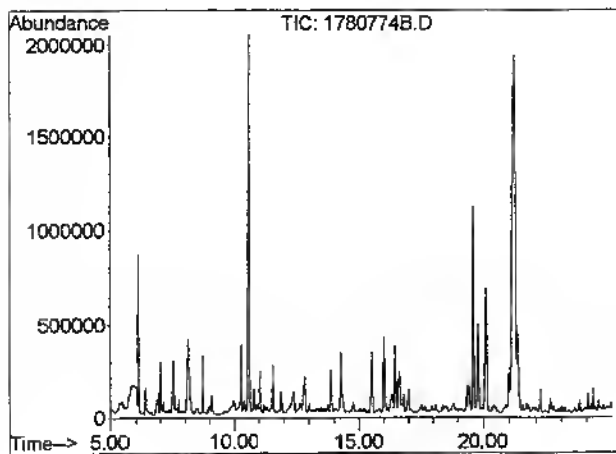
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	3356149	100.00	ng/mL
2)		18.57	432.4	Epitestosterone	279871	5.75	ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3079122	61.64	ng/mL

## Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.0	10.7

File: D:\Ms20\out06\0308\1780774B.D  
 Operator: 23  
 Date Acquired: 3 Aug 2006 19:14  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: B 178/07 995474 TE  
 Misc Info:  
 Vial Number : 5

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\  
Data File Name 1780774C.D  
Operator 23  
Date Acquired 8/3/2006 19:45  
Acq. Method File MAN27  
Sample Name B 178/07 995474 TE  
Vial Number 6  
Calibration Title Quantification du rapport T/E  
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

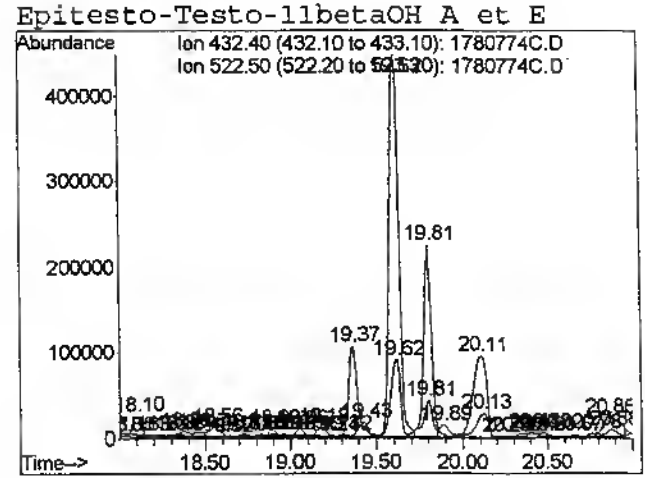
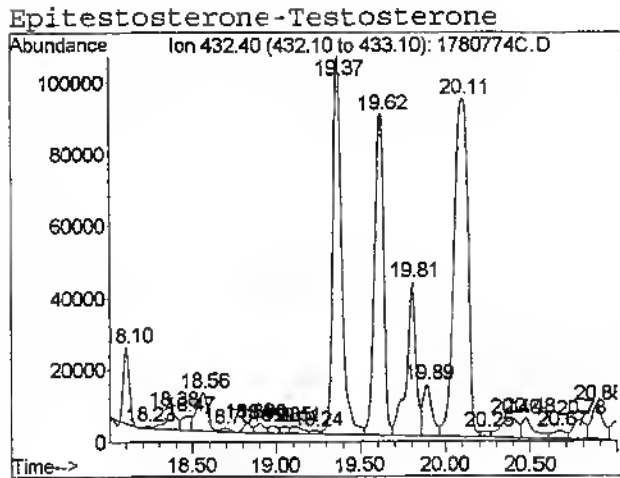
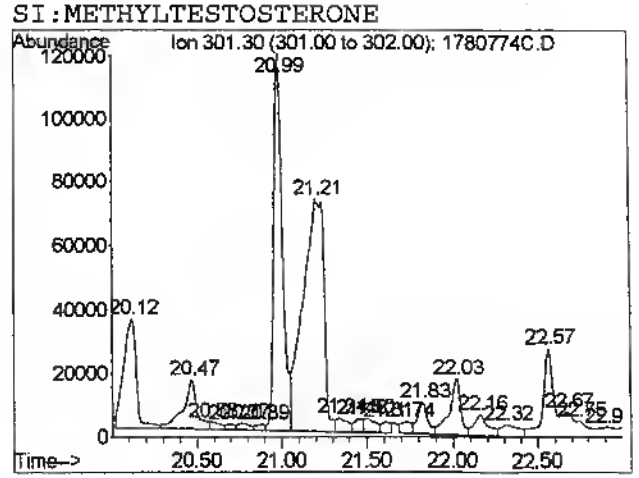
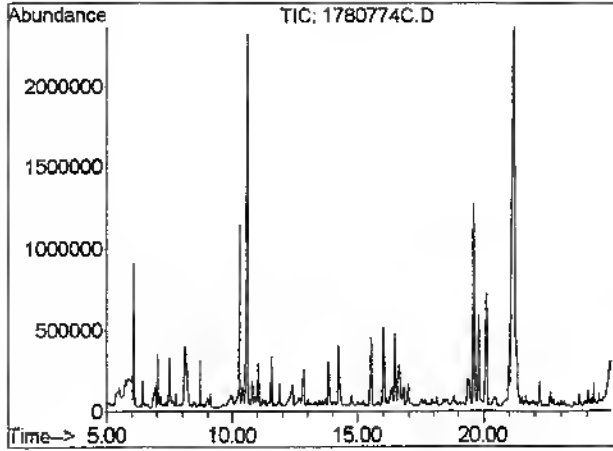
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	4098783	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	329392	5.55	ng/mL
3)	*	19.37	432.4	Testosterone	3670090	60.18	ng/mL

## Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.1	10.8

File: D:\msd20\out06\0308\1780774C.D  
 Operator: 23  
 Date Acquired: 3 Aug 2006 19:45  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: B 178/07 995474 TE  
 Misc Info:  
 Vial Number : 6

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone





Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\  
 Data File Name 1780774S.D  
 Operator 23  
 Date Acquired 8/3/2006 20:16  
 Acq. Method File MAN27  
 Sample Name B 178/07 995474 ssh TE  
 Vial Number 7  
 Calibration Title Quantification du rapport T/E  
 Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

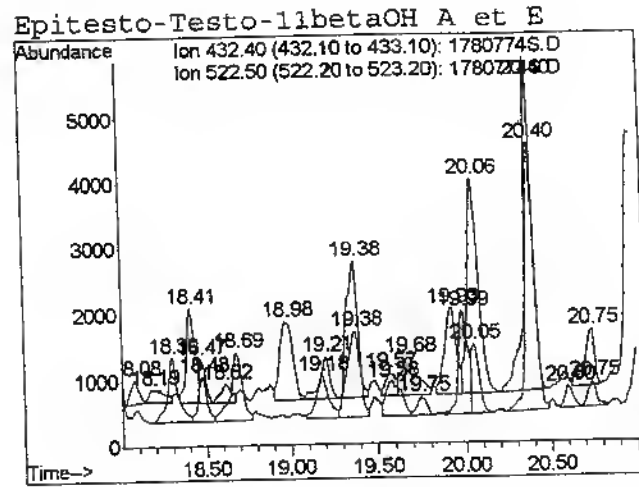
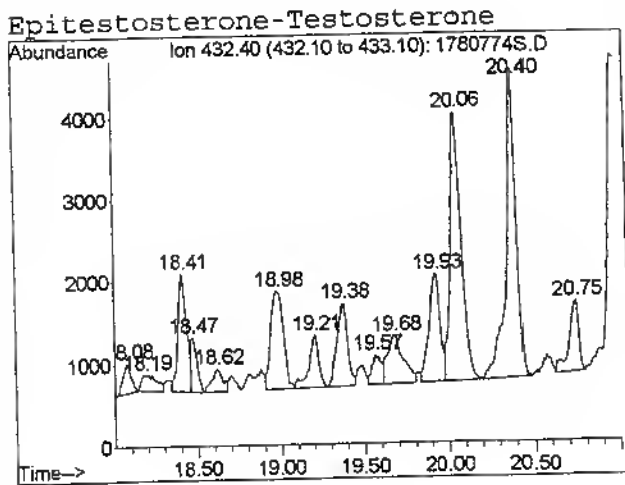
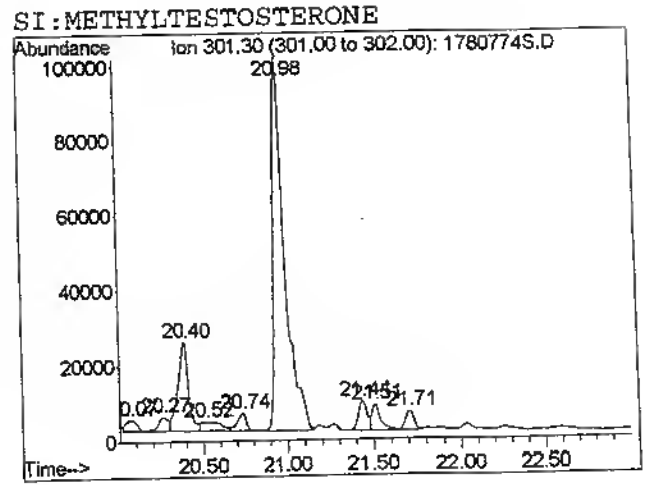
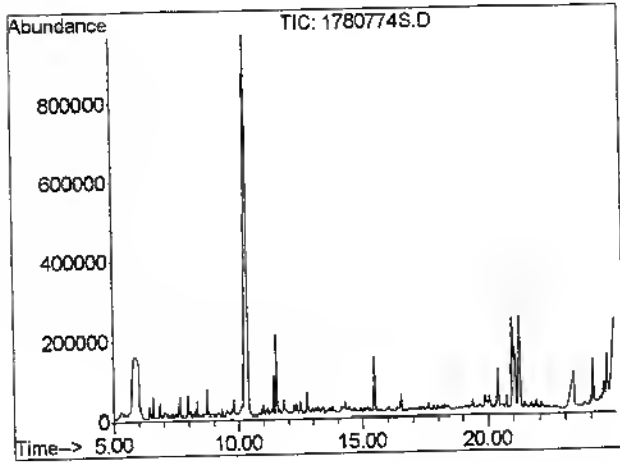
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.97	301.3	Methyltestosterone	3924981	100.00	ng/mL
2)		18.62	432.4	Epitestosterone	11645	0.44	ng/mL
3)	*	19.38	432.4	Testosterone	41499	1.22	ng/mL

## Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
3.6	2.8

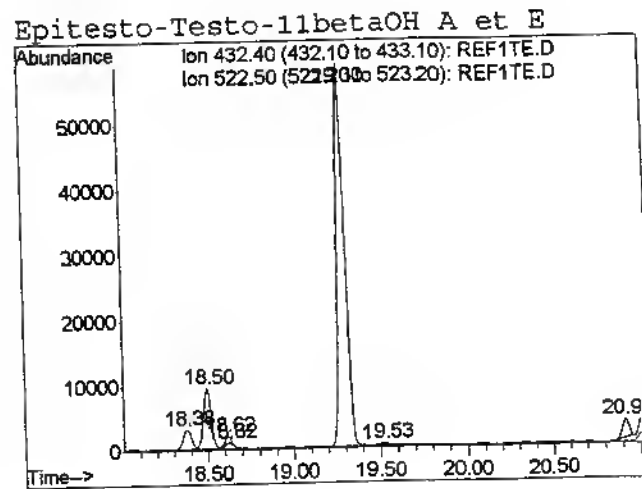
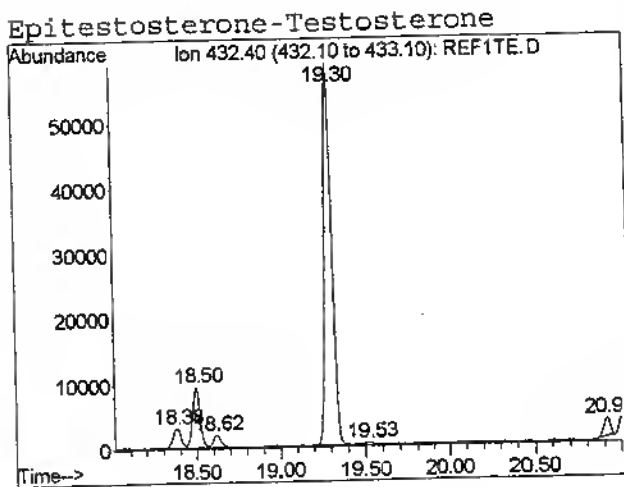
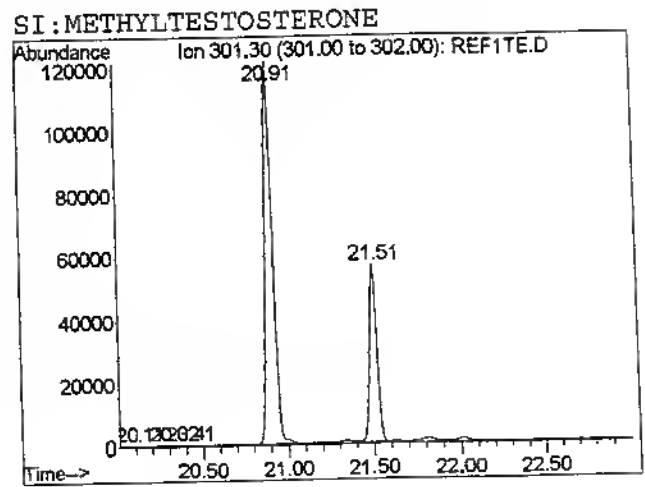
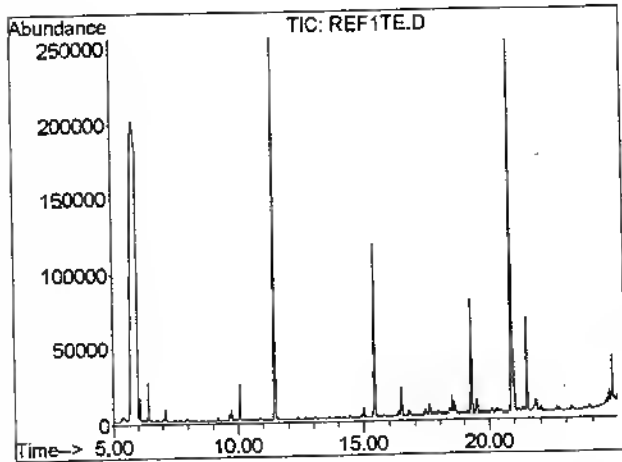
File: D:\Msd20\out06\0308\1780774S.D  
 Operator: 23  
 Date Acquired: 3 Aug 2006 20:16  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: B 178/07 995474 ssh TE  
 Misc Info:  
 Vial Number : 7

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



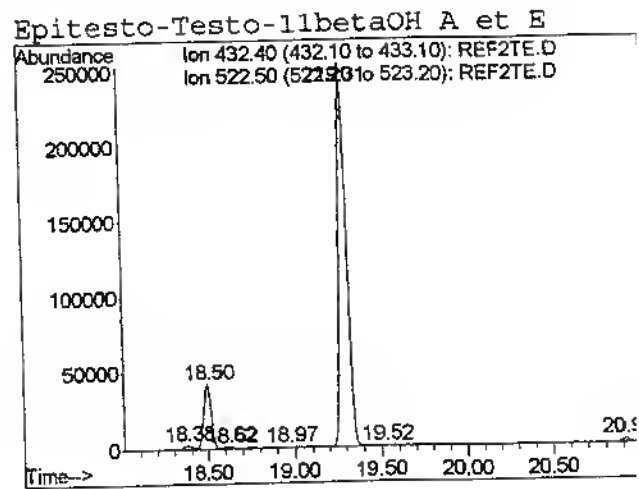
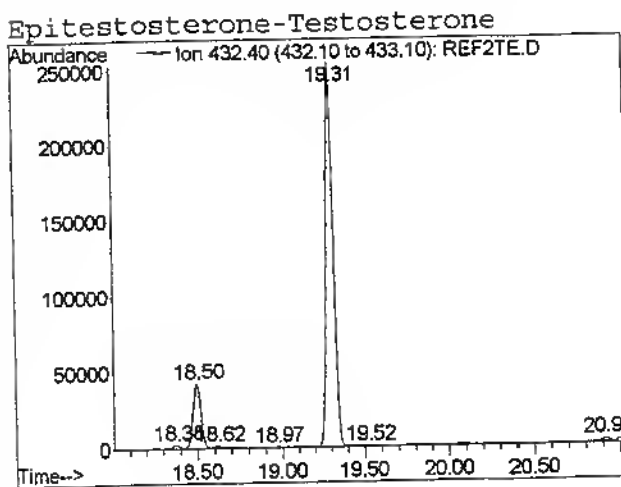
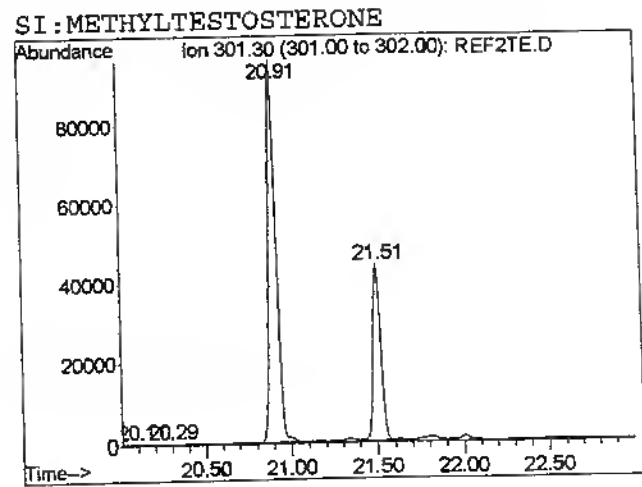
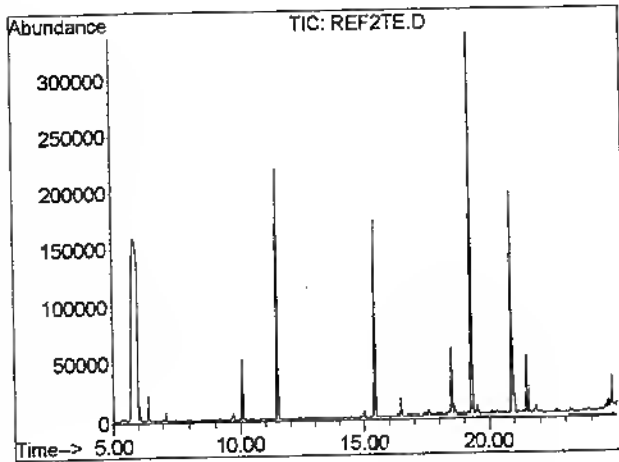
File: D:\Msd20\acout06\0308\REF1TE.D  
Operator: 23  
Date Acquired: 3 Aug 2006 21:49  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: BLU + T30 E5  
Misc Info:  
Vial Number : 9

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



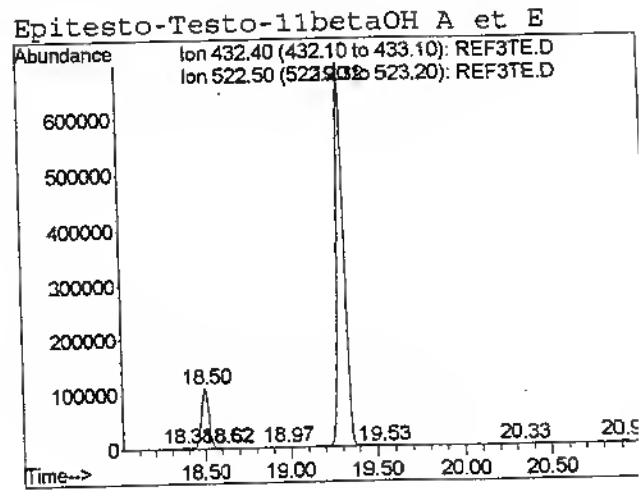
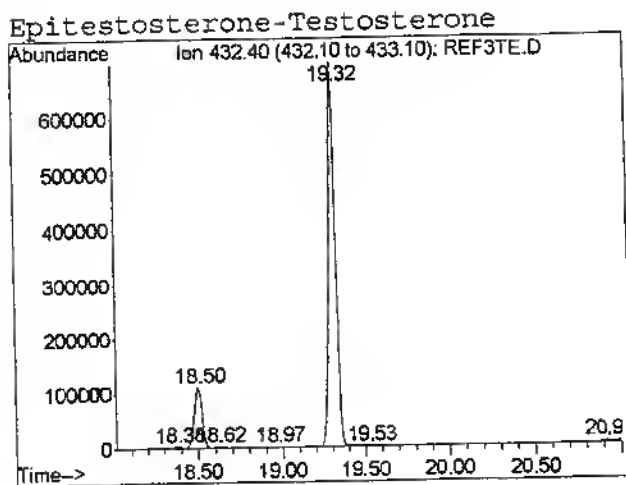
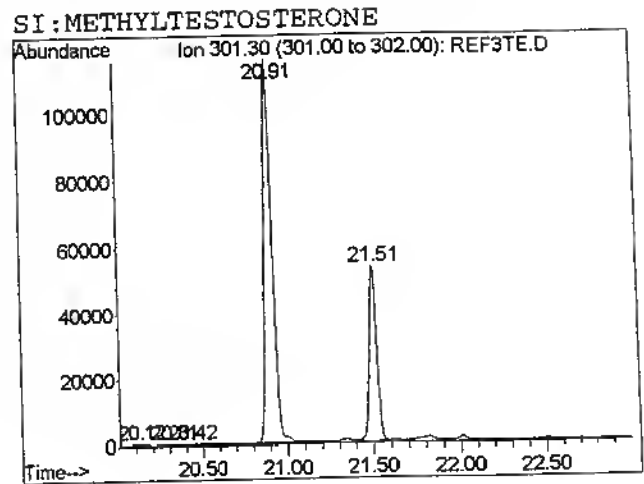
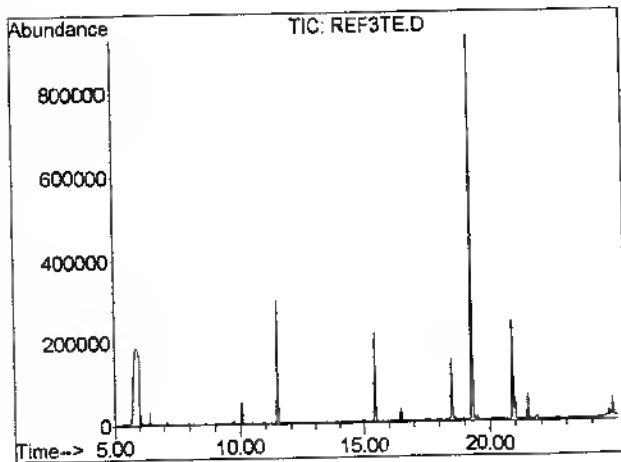
File: D:\Msd20\acout06\0308\REF2TE.D  
Operator: 23  
Date Acquired: 3 Aug 2006 22:20  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: BLU + T180 E30  
Misc Info:  
Vial Number : 10

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



File: D:\Msd20\out06\0308\REF3TE.D  
 Operator: 23  
 Date Acquired: 3 Aug 2006 22:51  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: BLU + T360 E60  
 Misc Info:  
 Vial Number : 11

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



LNDD	ENREGISTREMENT	Code :	E-FCR-04B2
		Version :	A
		Date :	03/08/2006
		Page :	1/1
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT - CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE T/E (trois aliquotes)			

Paraphe :

Echantillon :

478/07 994474

Dilution :

1/ 1

Ion de quantification Testo et Epitesto :

432

Ion de quantification SI :

301

Concentration de la référence 1 : Testostérone: 30 Epitestostérone : 5 T/E théorique : 6  
 Concentration de la référence 2 : Testostérone: 180 Epitestostérone : 30 T/E théorique : 6  
 Concentration de la référence 3 : Testostérone: 360 Epitestostérone : 60 T/E théorique : 6

Fichier	Surface du SI	Surface Testostérone	Surface Epitestostérone
REF1 REF1TE	3782021	1845917	294592
REF2 REF2TE	3011193	7860237	1324358
REF3 REF3TE	3783290	20557109	3442296
1780774A	3971127	3733052	342595
1780774B	3356149	3079122	279871
1780774C	4098783	3670090	329392

**RESULTAT DE L'ECHANTILLON**

Fichier	Concentration Testostérone	Concentration Epitestostérone	Rapport T/E en surface
1780774A	63,2 ng/mL	5,9 ng/mL	10,9
1780774B	61,6 ng/mL	5,8 ng/mL	11,0
1780774C	60,2 ng/mL	5,6 ng/mL	11,1
Moyenne	61,7 ng/mL	5,7 ng/mL	11,0
Ecart type	1,5 ng/mL	0,2 ng/mL	0,1
Valeur finale	61,7 ng/mL	5,7 ng/mL	

**Partie à remplir par le responsable**

Seuil de déclaration du rapport T/E ( en surface ) : 4

Incertitude (liée à la méthode) pour le rapport T/E : 30% pour l'Epitestostérone : 30% pour la Testostérone : 20%

Valeur basse du rapport T/E : 7.7

Résultat : Anormal :

Valeur haute du rapport T/E : 14.3

Inclassable :

Négatif :

Correction des concentrations en Testostérone et Epitestostérone par la densité (cf doc E-INC-03) :

Densité affichée	1.025
Numéro du réfractomètre	9
Densité corrigée :	1.025
Facteur de correction	0.74
Concentration corrigée de Testostérone	45.7 ng/mL
Concentration corrigée d'Epitestostérone	4.2 ng/mL

PARAPHE

E

Ecart n° :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM</b> (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : *MSD 20*

Date : *03/08/06*

**1 - Source d'ionisation**

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire  
Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%  
Repeller < 35  
Polaris Ion time > 2 ms

Oui	Non
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

**2 - Etanchéité du système**

MSD / 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),  
44/69 (CO2) < 10%  
Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui	Non
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

**3 - Sensibilité**

Screening Recal / Mix conforme  
Conf TP conforme - Fichier : *TPTE*  
TP conforme - Fichier :  
TP conforme - Fichier :  
TP conforme - Fichier :  
TP conforme - Fichier :

Oui	Non
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

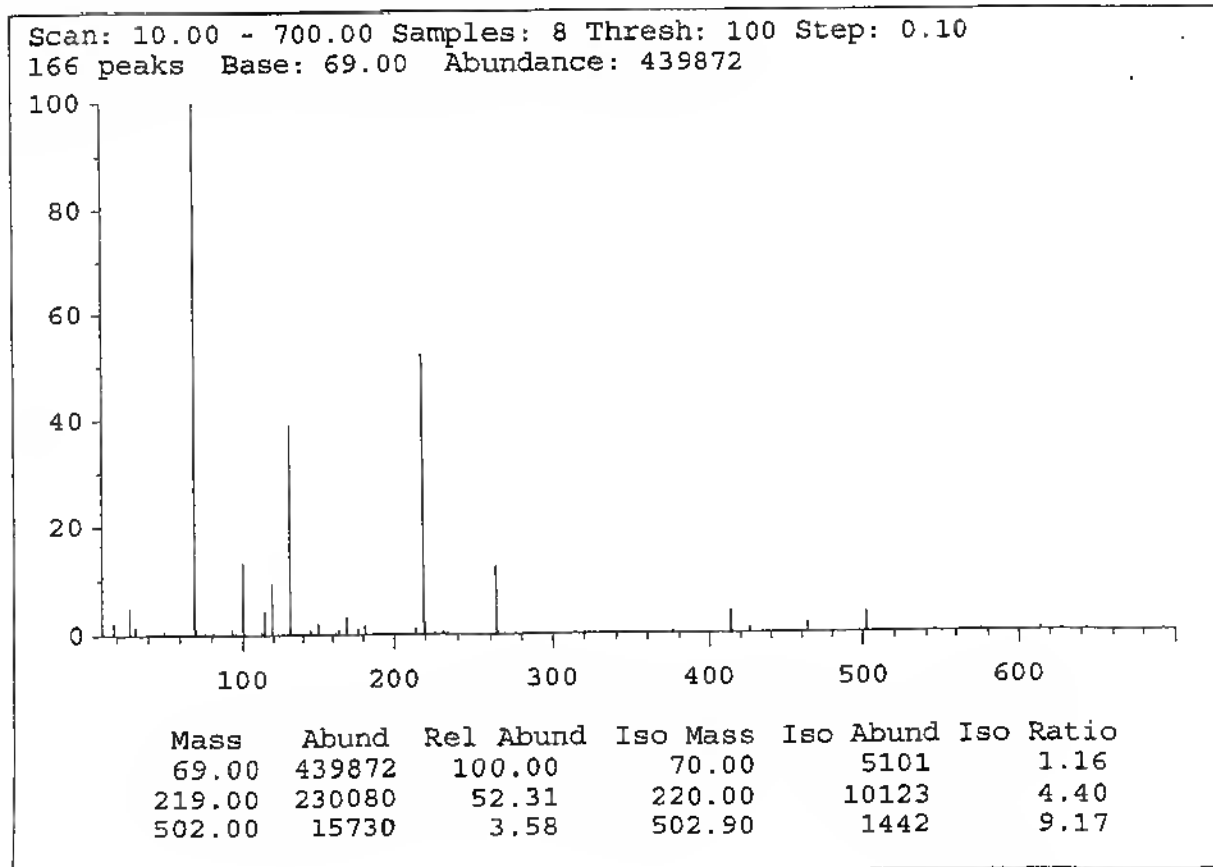
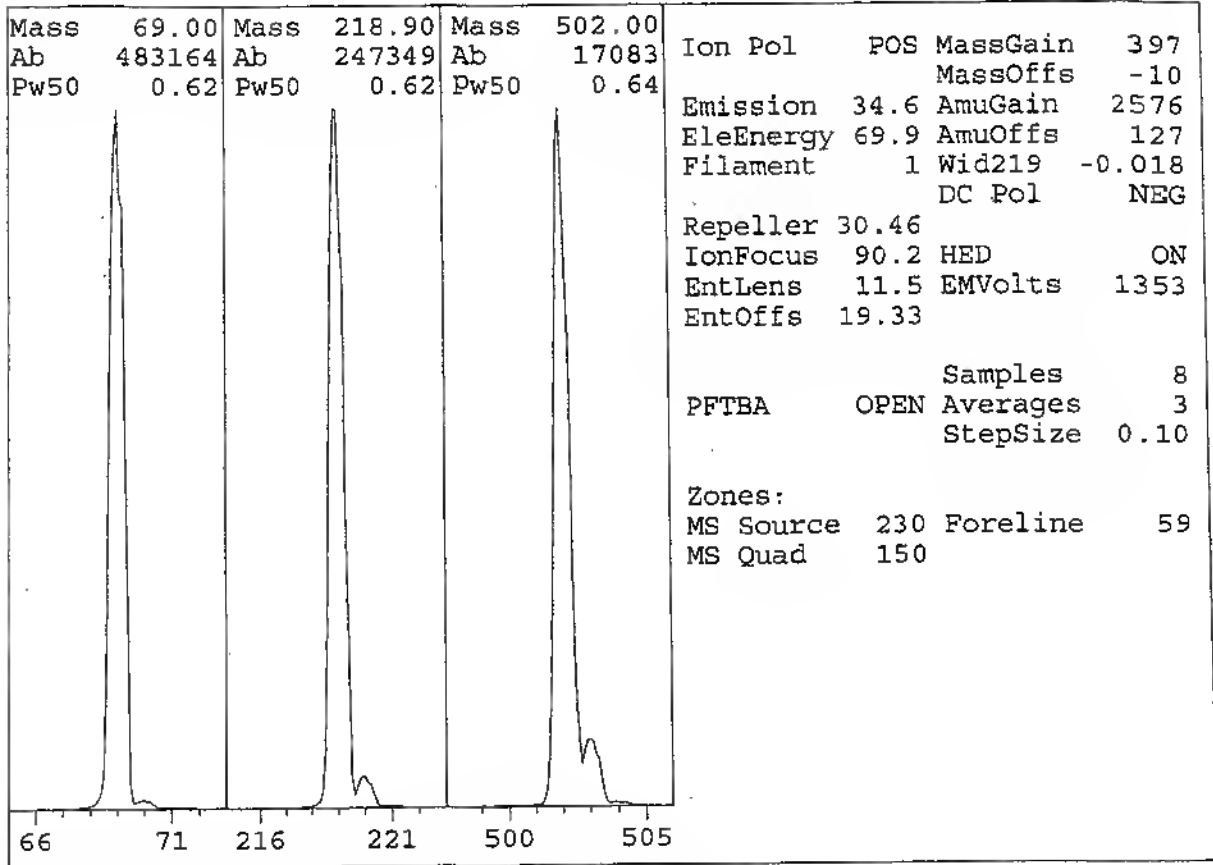
Code opérateur et paraphe :

*(23)* *[Signature]*

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Instrument: MSD 20  
 Thu Aug 03 16:00:37 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U



62

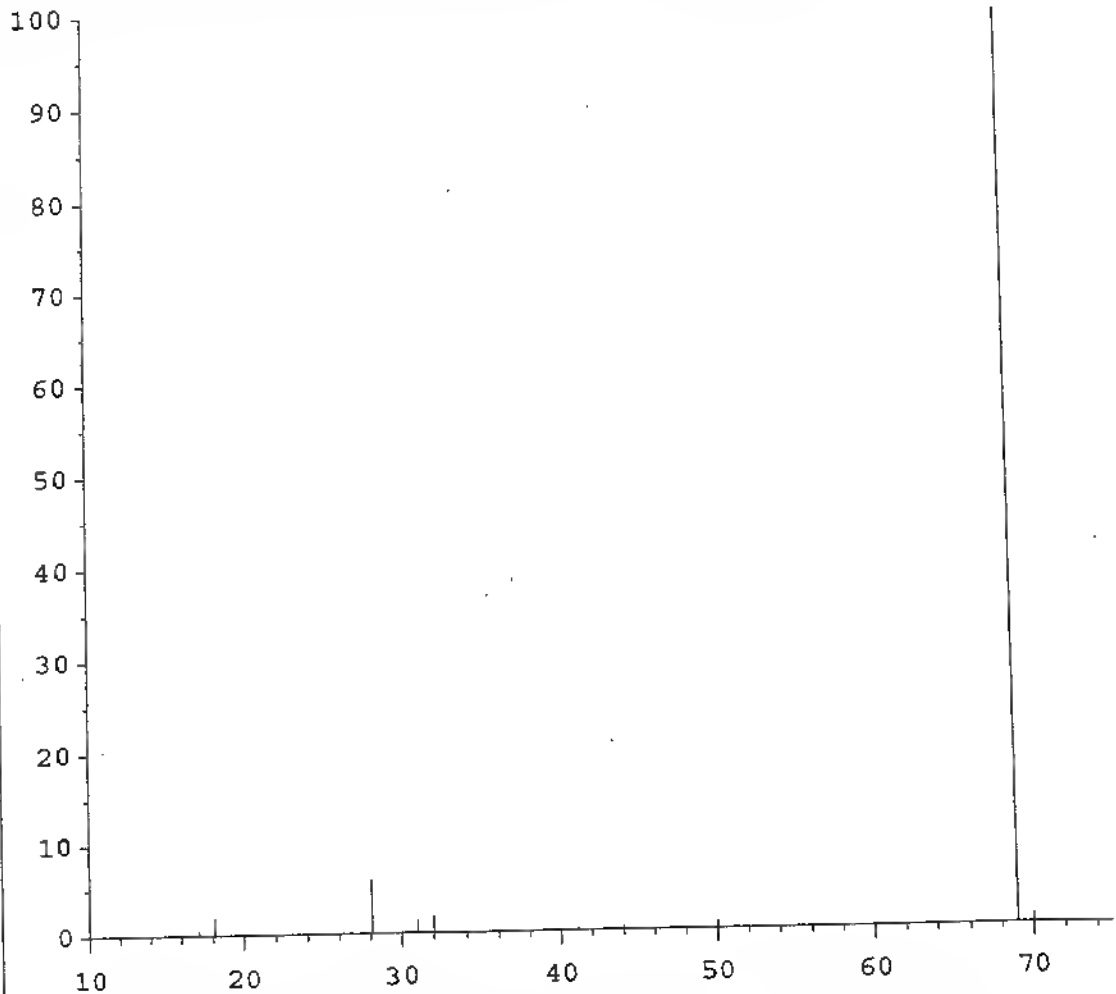


5973 Air and Water Check

Instrument: MSD 20  
 Thu Aug 03 16:05:12 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
 64 peaks Base: 69.00 Abundance: 570752



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	570752	100.00	70.00	6224	1.09
18.10	11166	1.96	19.00	68	0.61
28.10	33960	5.95	29.10	901	2.65

Current Params used:

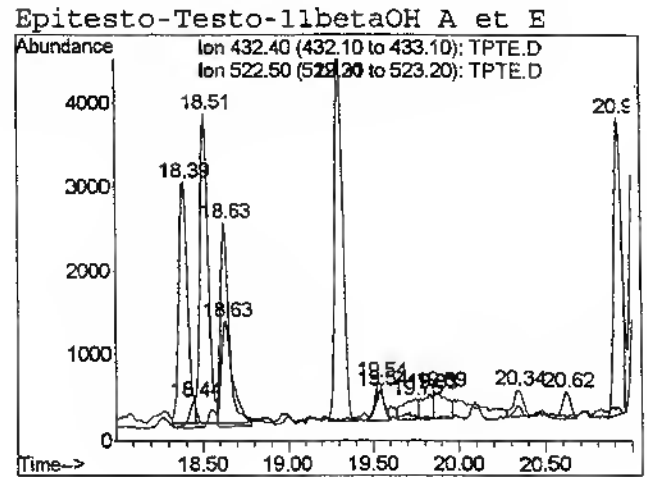
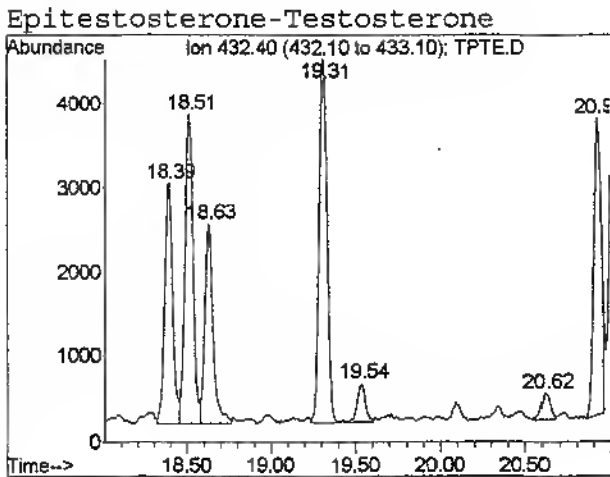
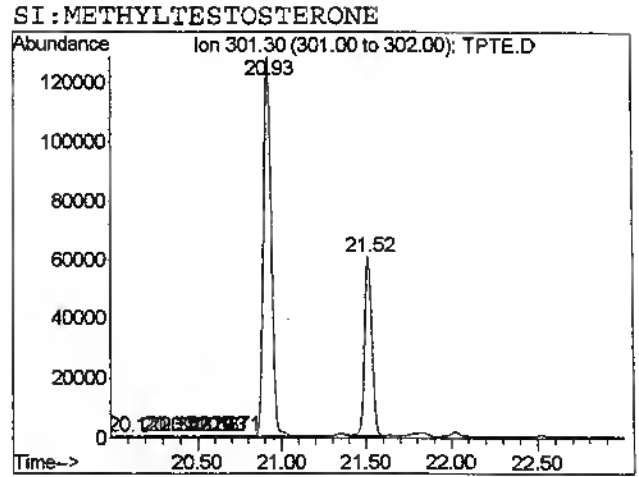
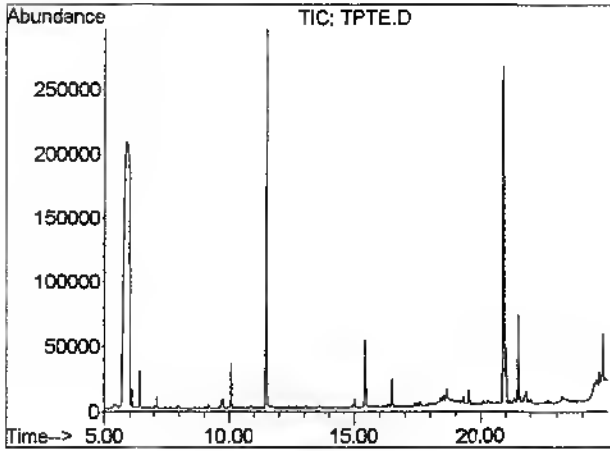
Rep = 30.5 Entl = 19.33 Entr = 12 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

18/69 = 1.96	Water%
28/69 = 5.95	Nitrogen%
32/69 = 1.86	Oxygen%
44/69 = 0.40	Carbon Dioxide%
28/18 = 304.14	Nitrogen/Water%

File: D:\MSD20\AOUT06\0308\TPTE.D  
 Operator: 23  
 Date Acquired: 3 Aug 2006 17:10  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: TP TE 2  
 Misc Info:  
 Vial Number : 2

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



USADA 0293

**FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES**

**CONFIRMATION QUANTITATIVE**

N° de laboratoire : AB10 N° échantillon : 0995474  
 Produit(s) confirmé(s) : Analyse Isotopique <sup>13</sup>C/<sup>12</sup>C  
 pH mesuré en conf : 5.2 Densité affichée en conf : 1.025  
 Réfractomètre n° : 2  
 \* Densité corrigée : 1.025

**CONFIRMATION QUANTITATIVE**

Essai n° : EC 31  
 Mode opératoire de préparation : M-EX- 24 Version : C  
 Mode opératoire d'analyse : M-AN- 52/41 Version : A/B  
 CG/SM (SCAN)  CG/SM (SIM)  CG/SM2  CG/SM3   
 CL/SM  CL/SM2  CL/SM3  CL/UV   
 IMM  EPO  CG/C/IRMS  Cytométrie

**CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE**

Essai n° : EC  
 Mode opératoire de préparation : M-EX- Version :   
 Mode opératoire d'analyse : M-AN- Version :   
 CG/SM (SIM)  CG/SM (SCAN)   
 CL/SM (SIM)  CL/SM2  CL/SM3  CL/UV   
 Concentration estimée :   
 \* Concentration corrigée :

**CONFIRMATION QUANTITATIVE**

Essai n° :   
 Mode opératoire de préparation :  Version :   
 Mode opératoire d'analyse : M-AN- Version :   
 CG/TSD  CG/SM (SIM)  CG/SM (SCAN)  IMM   
 Concentration mesurée :   
 \* Seuil corrigé :

**DEPISTAGE RAPIDE**

ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 - HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		

Code opérateur de l'analyste : 26 Code opérateur du responsable : 49  
 Date et paraphe : 05/03/06 *cf* Date et paraphe : 05/03/06 *cf*  
 Hors portée d'accréditation :   
 Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 1 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

*Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C*

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	<b>APPLICABLE le</b> <b>19 JAN. 2006</b>
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tube préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	ASSURANCE QUALITÉ LNDD
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette	Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	
Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase	Compte goutte	β-glucuronidase Chambre froide à +4°C
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymarck Vortex	
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES          METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur Vortex	Acétonitrile
Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 50 µl de pyridine Ajouter 50 µl d'anhydride acétique	Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner Vortex	Pyridine desséchée Anhydride acétique > 99%
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale Agiter 5 secondes et boucher	Vortex	
Dérivier le tube bien fermé 1h00 à 60°Cou laisser une nuit à température ambiante	Bain à sec à 60°C ou Portoir à tubes sous hotte	<b>SPECIMEN</b>
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes	Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit  Vortex	Acétonitrile Eau ultrapure
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08	Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)	Bain à sec à 80°C	Azote

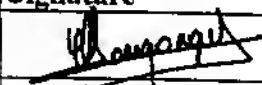


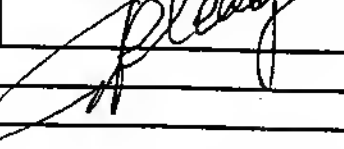
<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATEUR</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

**Traitement des fractions F1, F2 et F3**

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µ
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	
<b><u>Après analyse GC/MS :</u></b>		
Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/m
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

**SPECIMEN**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 4 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

**SPECIMEN**



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
<b>FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS</b>		

Mode opératoire d'extraction: M-EX-24

Echantillon : 178107 B 995 474 Sexe : M  F

Mis à l'ambient de l'échantillon : Date : 08/08/06 Heure : 9h12

Prise d'essai: Volume: 30 mL Heure: 11h03 Paraphe: Ref

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	08/08/06	pHmet n° : 4	21,8	5,18	<i>Ref</i>
Densité	08/08/06	Refract n° : 2		1,025	<i>Ref</i>

Blanc urinaire : Pool 4 Densité : 1,023 Prise d'essai : 16 mL Paraphe : Ref

**Préparation de l'échantillon**

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	08/08/06	11h26		Rapid Trace : RT02J	<i>Ref</i>
	08/08/06		13h00		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	08/08/06	13h03	13h48	Bain à sec (BSE) : S21	<i>Ref</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Hydrolyse	08/08/06	13h55		Code du tampon : p1165 TPA06.08 DLU* de la βGlu : 01.08.06 Etuve n° : 5	<i>Ref</i>
	08/08/06		14h57		
Deuxième extraction	08/08/06	15h10		Rapid Trace : RT02J	<i>Ref</i>
	08/08/06		16h52		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	

\*DLU: date limite d'utilisation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	03/08/06	16h55	18h00	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Acétylation	03/08/06	18h05		DLU* Anhydride acétique R.11.08 DLU* Pyridine 10/2006	Ref
	04/08/06		9h14	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	04/08/06	9h14	9h20	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Troisième extraction	04/08/06	9h23		Rapid Trace : 2707D	Ref
	04/08/06		10h49		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Evaporation	04/08/06	10h52	10h50	Bain à sec (BSE) : M4	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Ajout SI,	04/08/06	12h55		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	Ref
Mise en vial	04/08/06		13h05	003F	
Evaporation	04/08/06	13h09		Bain à sec (BSE) : S21	Ref
	04/08/06		13h18		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-ER 1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	3	10	3
Volume hexane (µl)	200	400	100

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
<b>FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/IRMS</b>		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	04/08/06	13h20			Ref
Injection CG/MS	04/08/06	13h22		MSD 22	Ref
	04/08/06		16h40		
Ajout du SI si nécessaire	04/08/06	16h45		Code du SI (200ng/μL) : H67- 007	Ref
Evaporation	04/08/06	16h50	16h55	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	13	85	7
Volume final hexane (μl)	150	850	45

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	04/08/06	16h58			Ref
Injection GC/C/IRMS	04/08/06	17h00		ISOPRIME 1	Ref

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

*Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon*

TOPLEVEL PARAMETERS

Method Information For: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN\_52.M  
Method Sections To Run:

- ( ) Save Copy of Method With Data
- ( ) MSTOP Pre-Run Cmd/Macro =
- ( ) Instrument Control Pre-Run Cmd/Macro =
- ( ) Data Analysis Pre-Run Cmd/Macro =
- (X) Data Acquisition
- (X) Data Analysis
- ( ) MSTOP Post-Run Cmd/Macro =
- ( ) Instrument Control Post-Run Cmd/Macro =
- ( ) Data Analysis Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:  
This is the default method

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp: 70 'C (On)  
Initial time: 1.00 min

Maximum temp: 325 'C  
Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	30.00	270	12.00
2	10.00	300	3.00
3	0.0(Off)		

Post temp: 70 'C  
Post time: 0.00 min  
Run time: 25.67 min

FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)

Mode: Splitless  
Initial temp: 280 'C (On)  
Pressure: 145.0 kPa (On)  
Purge flow: 20.0 mL/min  
Purge time: 2.00 min  
Total flow: 25.4 mL/min  
Gas saver: Off  
Gas type: Helium

BACK INLET (UNKNOWN)

COLUMN 1

Capillary Column  
Model Number: Agilent 19091s-433  
Max temperature: 325 'C  
Nominal length: 30.0 m  
Nominal diameter: 250.00 um  
Nominal film thickness: 0.25 um  
Mode: constant pressure  
Pressure: 145.0 kPa  
Nominal initial flow: 2.3 mL/min  
Average velocity: 56 cm/sec  
Inlet: Front Inlet  
Outlet: MSD  
Outlet pressure: vacuum

COLUMN 2  
(not installed)

74

FRONT DETECTOR ( )

BACK DETECTOR ( )

SIGNAL 1  
 Data rate: 20 Hz  
 Type: test plot  
 Save Data: Off  
 Zero: 0.0 (Off)  
 Range: 0  
 Fast Peaks: Off  
 Attenuation: 0

SIGNAL 2  
 Data rate: 20 Hz  
 Type: test plot  
 Save Data: Off  
 Zero: 0.0 (Off)  
 Range: 0  
 Fast Peaks: Off  
 Attenuation: 0

COLUMN COMP 1  
 (No Detectors Installed)

COLUMN COMP 2  
 (No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2  
 Use: MSD Transfer Line Heater  
 Description:  
 Initial temp: 300 'C (On)  
 Initial time: 0.00 min  
 # Rate Final temp Final time  
 1 0.0(Off)

POST RUN  
 Post Time: 0.00 min

TIME TABLE  
 Time Specifier Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:  
 Sample Washes 0  
 Sample Pumps 3  
 Injection Volume 1.0 microliters  
 Syringe Size 10.0 microliters  
 PostInj Solvent A Washes 3  
 PostInj Solvent B Washes 3  
 Viscosity Delay 3 seconds  
 Plunger Speed Fast  
 PreInjection Dwell 0.00 minutes  
 PostInjection Dwell 0.00 minutes

Back Injector:  
 0 parameters specified  
 Column 1 Inventory Number : ?  
 Column 2 Inventory Number :

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Tune File : atune.u  
 Acquisition Mode : Scan

MS Information

Solvent Delay : 9.00 min  
 M Absolute : False  
 M Offset : 0  
 Resulting EM Voltage : 1905.9

Scan Parameters]

Low Mass : 50.0

High Mass : 550.0  
Threshold : 150  
Sample # : 2 A/D Samples 4  
Plot 2 low mass : 50.0  
Plot 2 high mass : 550.0

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C  
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS  
-----

DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

Method Name: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN\_52.M

Percent Report Settings  
-----

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings  
-----

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality  
C:\temp\IRMS.L 90

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings  
-----

Method: MAN\_52.M

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Page: 3

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Calibration Last Updated:

Reference Window: 10.00 Percent

Non-Reference Window: 5.00 Percent

Correlation Window: 0.02 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

-----  
\*\*\* Empty Quantitation Database \*\*\*

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

Fri Aug 04 10:24:41 2006



Sequence Name: C:\MSDCHEM\1\sequence\2006\Aout06\0408.S

Comment:

Operator: 26

Data Path: D:\MSD22\AOUT06\0408\

Top Pre-Seq Cmd:  
Instrument Control Pre-Seq Cmd:  
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:  
Instrument Control Post-Seq Cmd:  
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch  
 Full Method  Inject Anyway  
 Reprocessing Only  Don't Inject

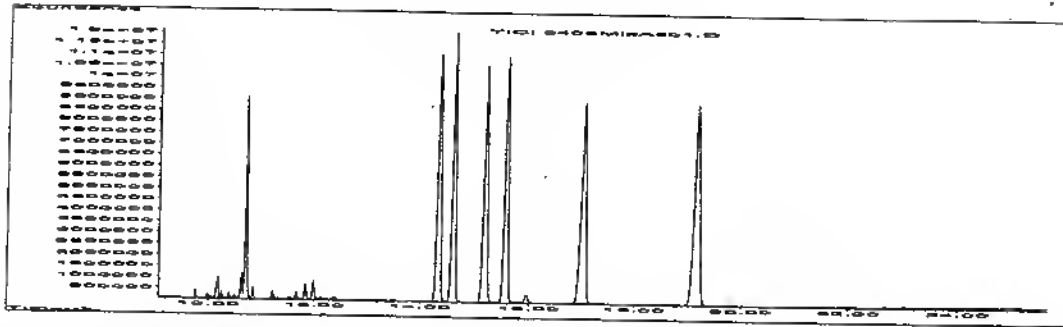
Line		Sample Name/Misc Info
1)	Calibration	1
	Datafile	0408MixAc01
	Method	MAN_52
2)	Blank	2 blulf3 MAN_52 Blu 1 F3
3)	Sample	3
	Datafile	17807474f3
	Method	MAN_52
4)	Blank	4 blulf1 MAN_52 Blu 1 F1
5)	Sample	5
	Datafile	17807474f1
	Method	MAN_52
6)	Blank	6 blulf2 MAN_52 Blu 1 F2
7)	Sample	7
	Datafile	17807474f2
	Method	MAN_52

Séquence vérifiée par : 26.....

Remarques : .....

.....

Data File Name 0408MixAc01.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 9:43  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 50  
 Vial Number 1  
 Misc Info Mix Acétate 001 50 ng injecté



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.70		258	14,559,348
Etiocolanolone AC	14.37	1.343	272	27,927,453
Androsterone AC	14.63	1.368	272	46,140,764
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.420	256	27,022,036
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.58	1.457	316	37,046,436
11 KetoEtiocolanolone AC	17.09	1.597	271	36,707,461
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.21	1.796	284	45,892,036

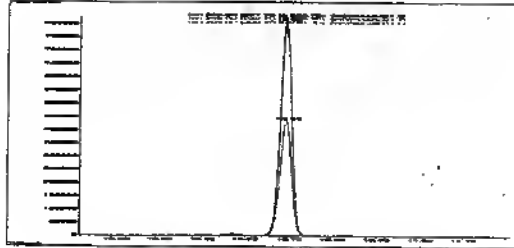
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	15,126,010	103.9
Etiocolanolone AC	257	17,606,728	63.0
Androsterone AC	257	19,683,079	42.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	24,536,719	90.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	21,410,205	57.8
11 KetoEtiocolanolone AC	191	30,056,893	81.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	25,822,025	56.3

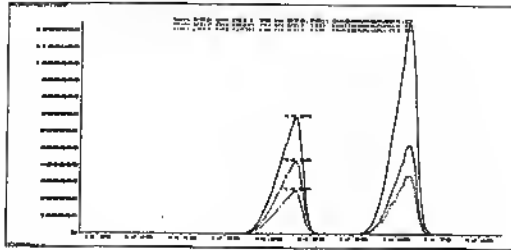
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,054,385	55.3
Etiocolanolone AC	201	10,598,971	38.0
Androsterone AC	218	13,895,009	30.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	20,649,090	76.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	18,348,951	49.5
11 KetoEtiocolanolone AC	286	22,112,785	60.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,834,532	28.0

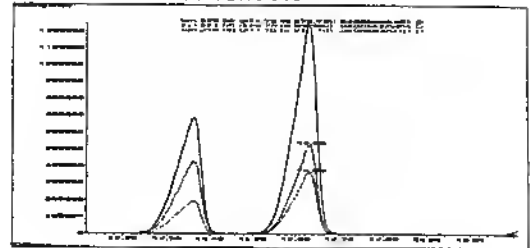
5a Androstanol AC



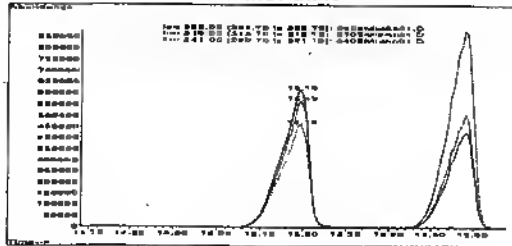
Etiocholanolone AC



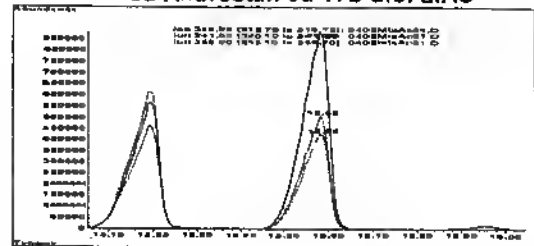
Androsterone AC



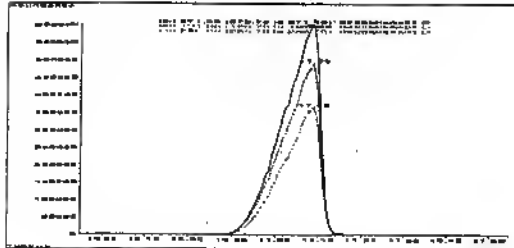
5b Androstan 3a 17b diol diAC



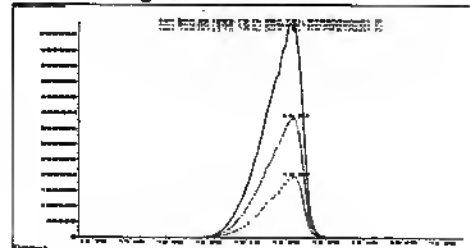
5a Androstan 3a 17b diol diAC



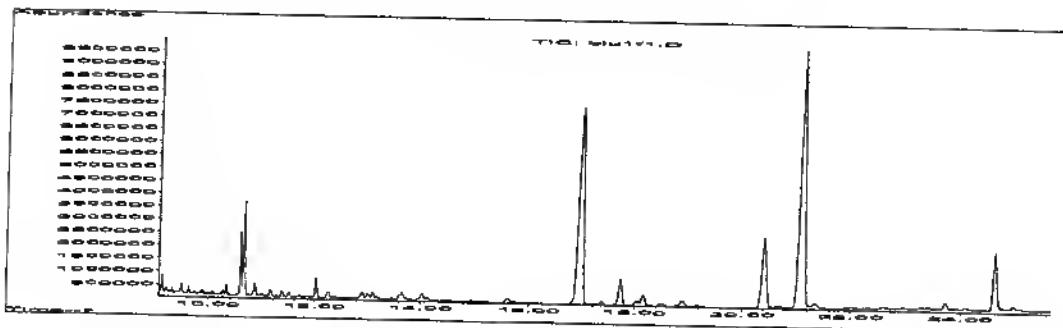
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1f1.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 14:26  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F1  
 Vial Number 4  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	5,520,561
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocolanolone AC	17.01	1.594	271	27,855,670
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

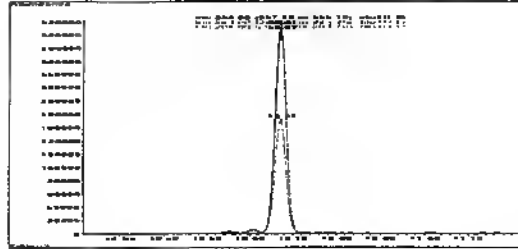
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,774,860	104.6
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	191	22,757,434	81.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

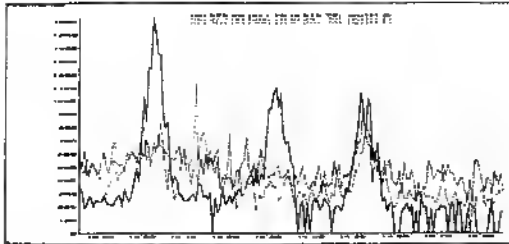
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,105,342	56.3
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	286	16,920,850	60.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

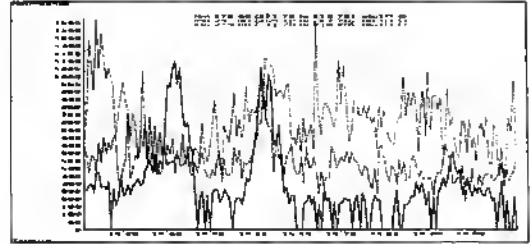
5a Androstanol AC



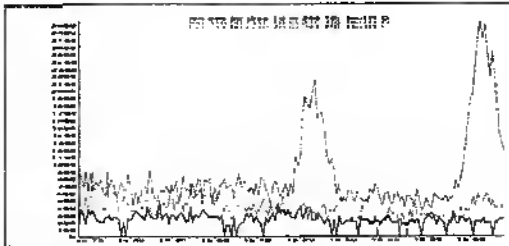
Etiocholanolone AC



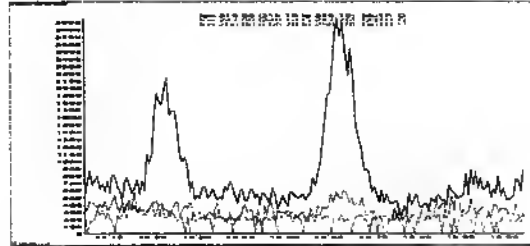
Androsterone AC



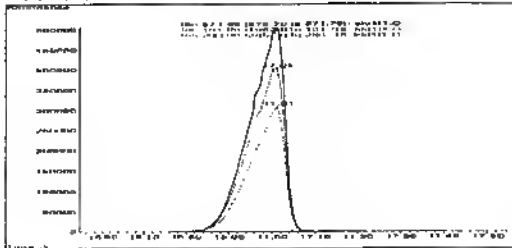
5b Androstan 3a 17b diol diAC



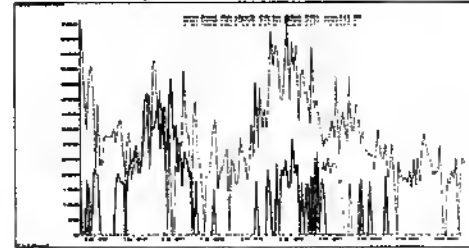
5a Androstan 3a 17b diol diAC



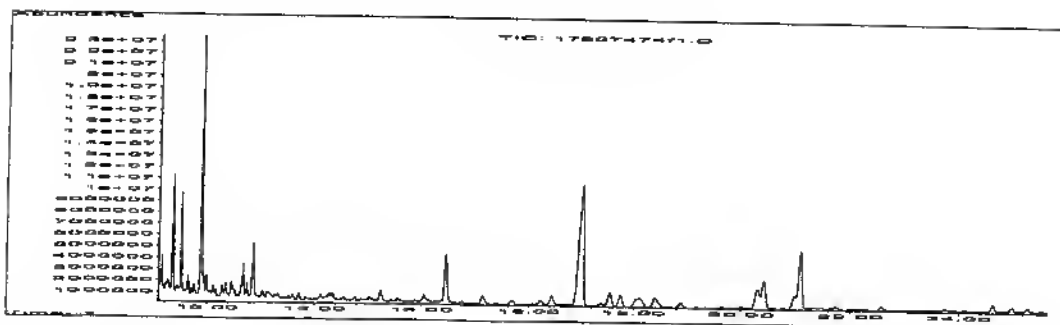
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474f1.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 14:59  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 B995474 F1  
 Vial Number 5  
 Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,012,619
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.05	1.596	271	46,222,964
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

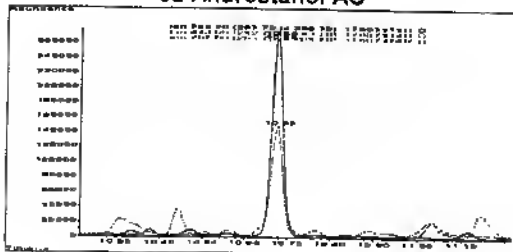
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,291,627	105.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	36,126,360	78.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

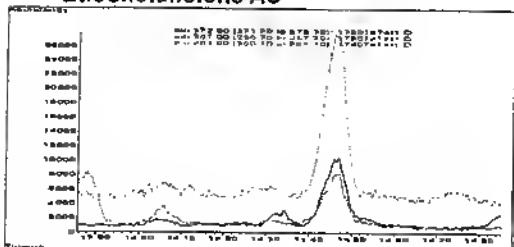
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,048,558	60.8
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	28,286,843	61.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

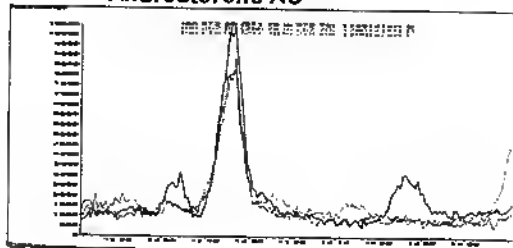
5a Androstanol AC



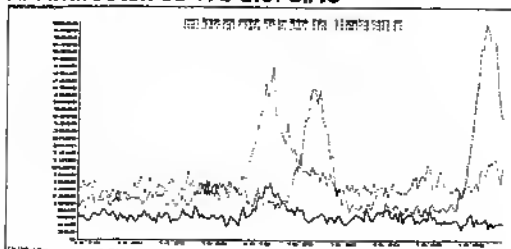
Etiocholanolone AC



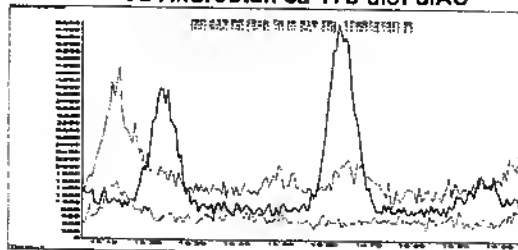
Androsterone AC



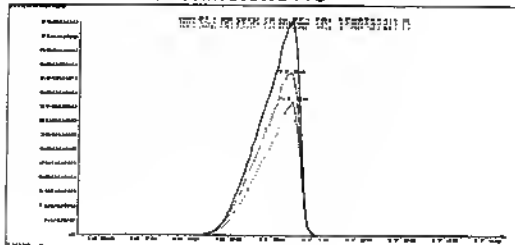
5b Androstan 3a 17b diol diAC



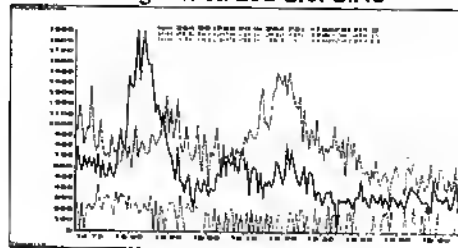
5a Androstan 3a 17b diol diAC



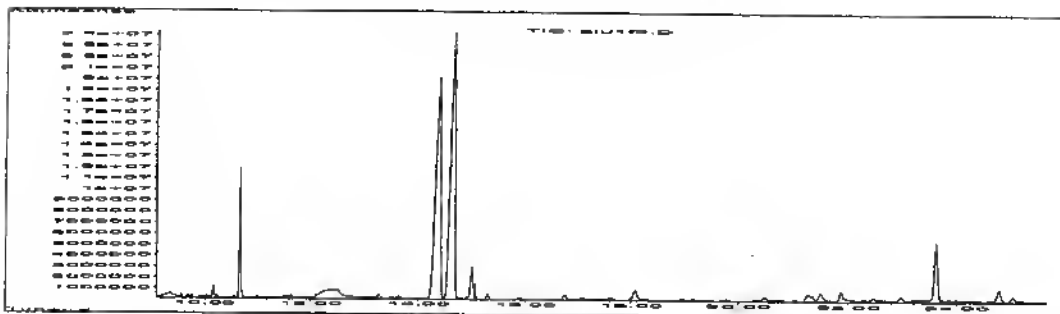
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1f2.D  
 Data File Path D:\MsD22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 15:31  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F2  
 Vial Number 6  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Ref Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	20,287,078
Etiocholanolone AC	14.40	1.348	272	77,262,593
Androsterone AC	14.68	1.375	272	150,213,193
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

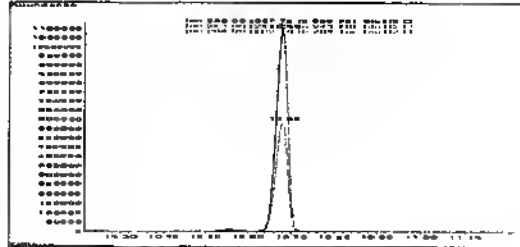
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	20,899,494	103.0
Etiocholanolone AC	257	47,707,175	61.7
Androsterone AC	257	63,281,939	42.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

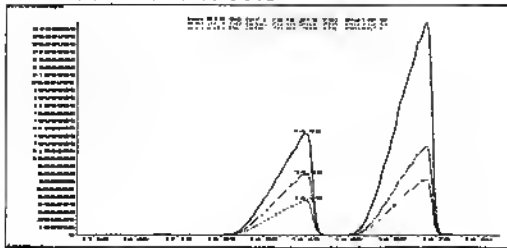
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	11,082,620	54.6
Etiocholanolone AC	201	27,413,943	35.5
Androsterone AC	218	42,679,798	28.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0



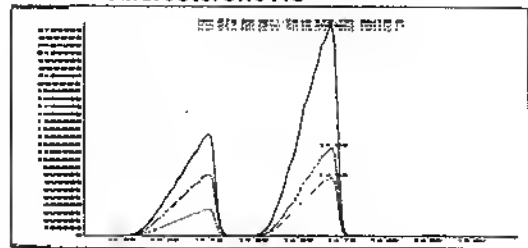
5a Androstanol AC



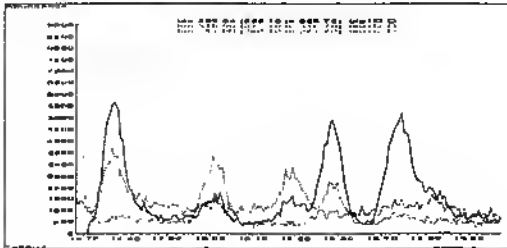
Etiocholanolone AC



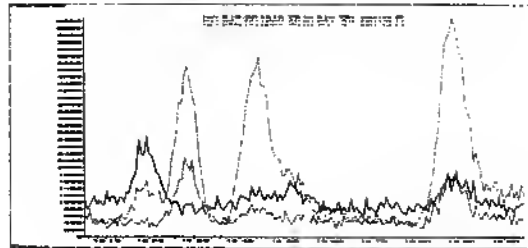
Androsterone AC



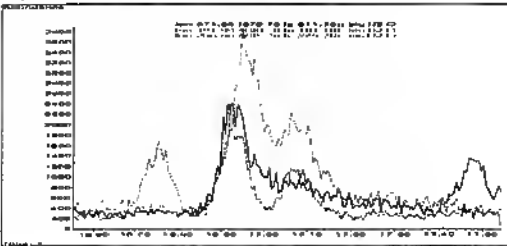
5b Androstan 3a 17b diol diAC



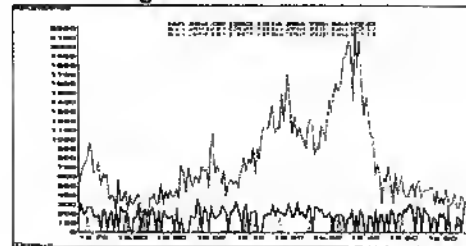
5a Androstan 3a 17b diol diAC



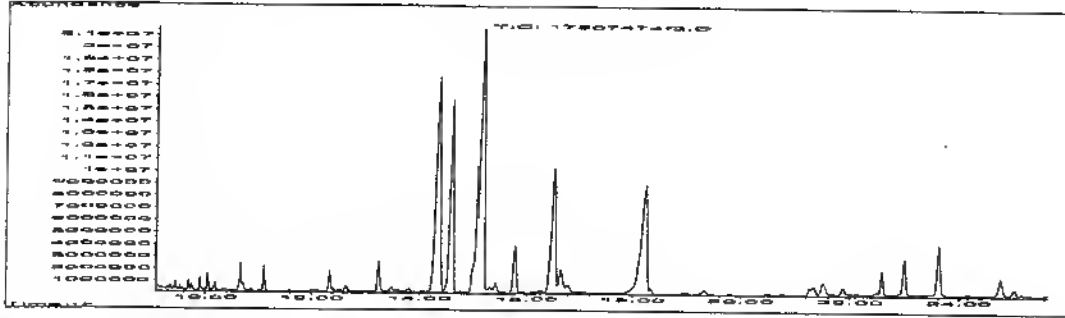
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474f2.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 16:03  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 8995474 F2  
 Vial Number 7  
 Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 2 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	3,447,735
Etiocholanolone AC	14.37	1.346	272	56,129,234
Androsterone AC	14.63	1.371	272	66,514,969
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

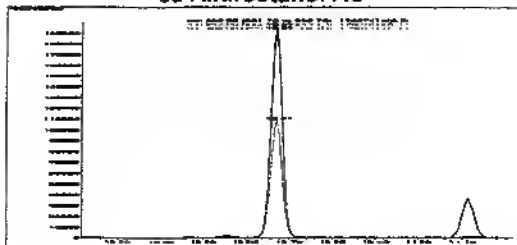
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,645,387	105.7
Etiocholanolone AC	257	34,755,167	61.9
Androsterone AC	257	28,337,297	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

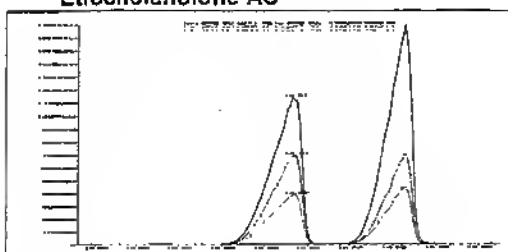
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,986,261	57.6
Etiocholanolone AC	201	20,012,288	35.7
Androsterone AC	218	19,275,305	29.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

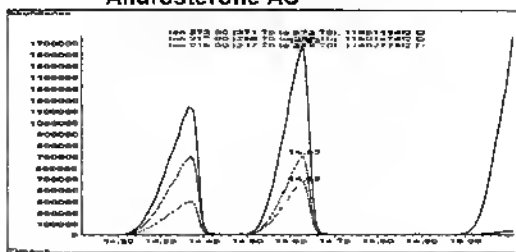
5a Androstanol AC



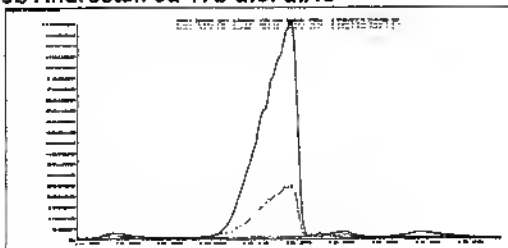
Etiochoolanolone AC



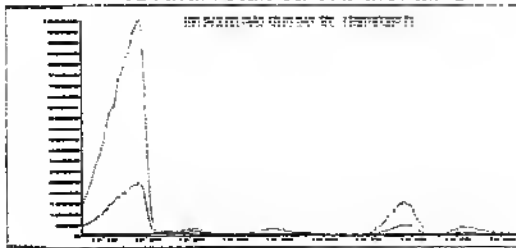
Androsterone AC



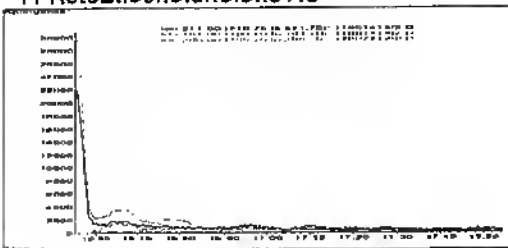
5b Androstan 3a 17b diol diAC



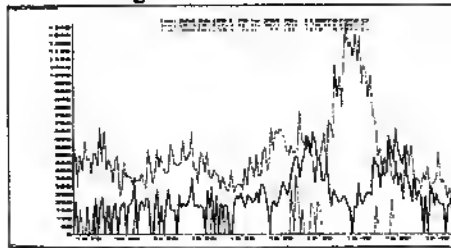
5a Androstan 3a 17b diol diAC



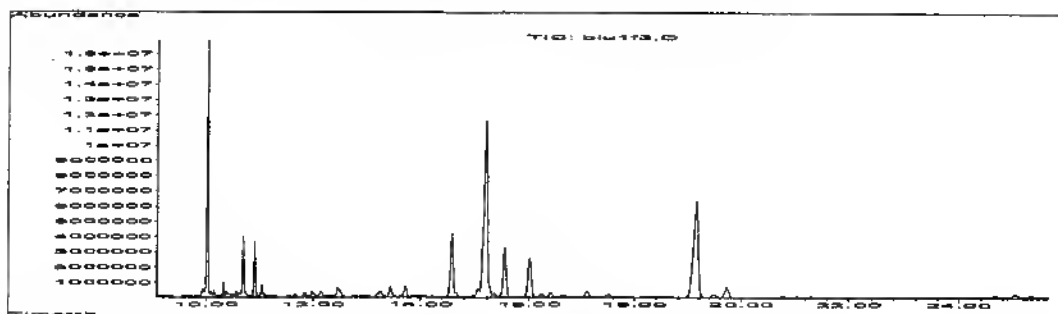
11 KetoEtiochoolanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1f3.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 13:22  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F3  
 Vial Number 2  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	5,912,258
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.421	256	30,691,343
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.54	1.453	316	9,191,814
11 KetoEtiocolanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.17	1.793	284	28,874,790

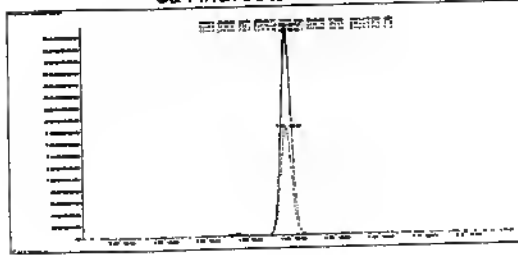
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,184,142	104.6
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	28,217,276	91.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,536,180	60.2
11 KetoEtiocolanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	16,189,201	56.1

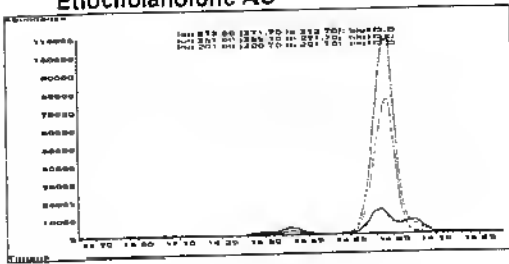
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,235,828	54.7
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	23,375,042	76.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,622,981	50.3
11 KetoEtiocolanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	8,026,255	27.8

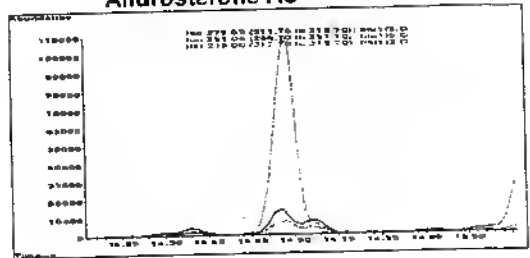
5a Androstano AC



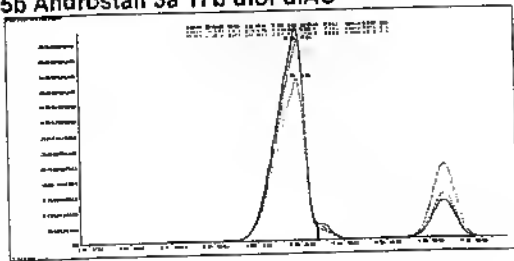
Etiocholanolone AC



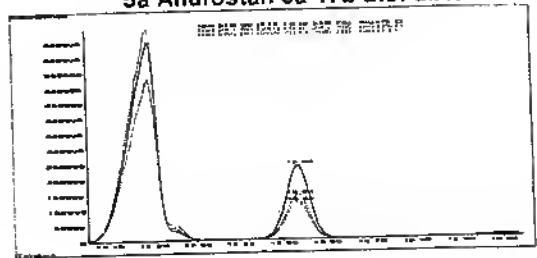
Androsterone AC



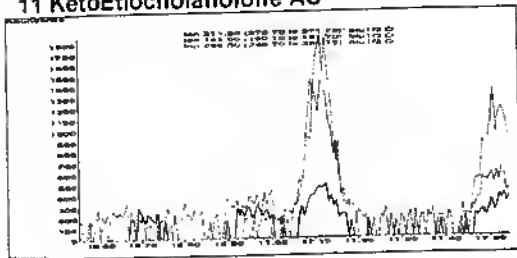
5b Androstan 3a 17b diol diAC



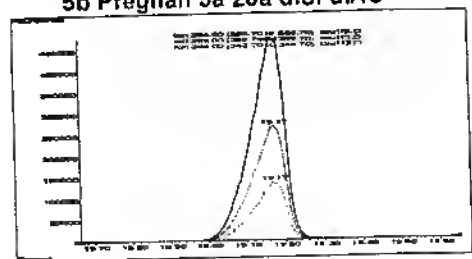
5a Androstan 3a 17b diol diAC



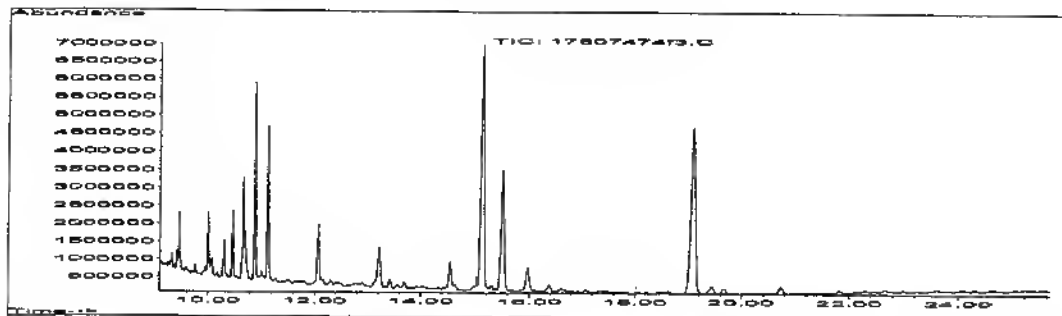
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474f3.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 13:54  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 B995474 F3  
 Vial Number 3  
 Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 3 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	4,330,622
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.14	1.418	256	15,590,168
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.50	1.452	316	9,733,826
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.12	1.791	284	20,380,358

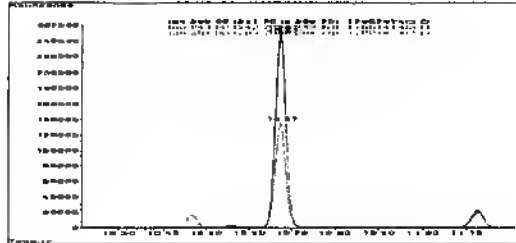
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,507,718	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,182,571	91.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,804,397	59.6
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	11,439,074	56.1

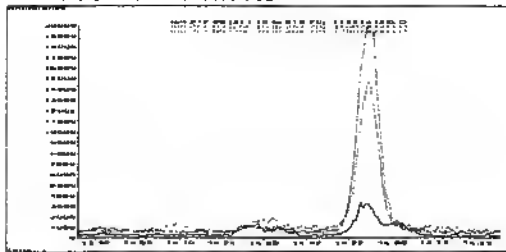
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,391,308	55.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,985,724	76.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,855,730	49.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,570,119	27.3

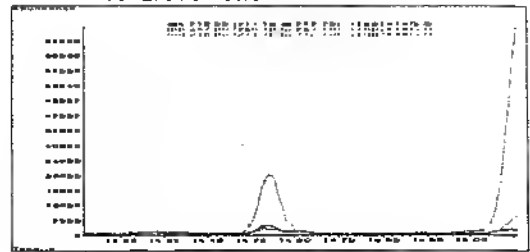
5a Androstanol AC



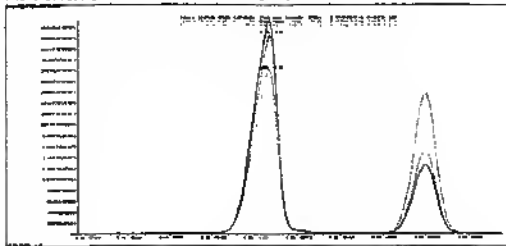
Etiocholanolone AC



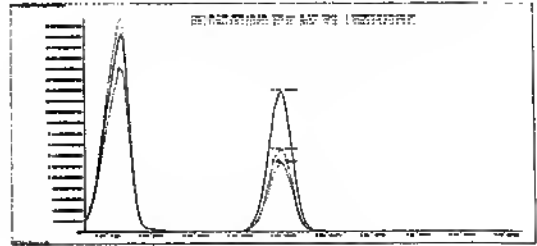
Androsterone AC



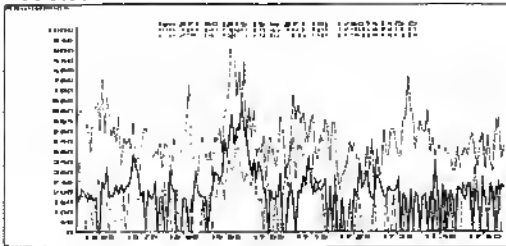
5b Androstan 3a 17b diol diAC



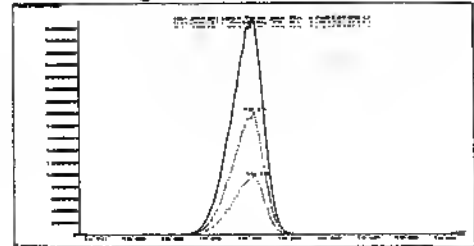
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	A
		Date :	31/01/2006
			1/3
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS</b>			

Echantillon :

Tolérances fixées par l'AMA ( document : WADA Technical Document - TD2003IDCR )

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu) de variation  
 25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif)  
 < 25% +/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation:  Surface:  Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10.7	10.68	10.67	10.67
Fichier	0408MixAc01	17807474f1	17807474f3	17807474f3

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	17.09	1.597	100	81.9	60.2	17.05	1.596	100	78.2	61.2
Tolérance basse	16.92	1.581		71.9	50.2					
Tolérance haute	17.26	1.613		91.9	70.2					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14.37	1.343	100	63.0	38.0	14.37	1.346	100	61.9	35.7
Tolérance basse	14.23	1.330		53.0	30.4					
Tolérance haute	14.51	1.356		73.0	45.6					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non







LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM</b> (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : H5022

Date : 04/08/06

**1 - Source d'ionisation**

		Oui	Non
MSD	Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	Repeller < 35	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Polaris	Ion time > 2 ms	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

**2 - Etanchéité du système**

		Oui	Non
MSD	18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 44/69 (CO2) < 10%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	Polaris	Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18	<input type="checkbox"/>

Observations :

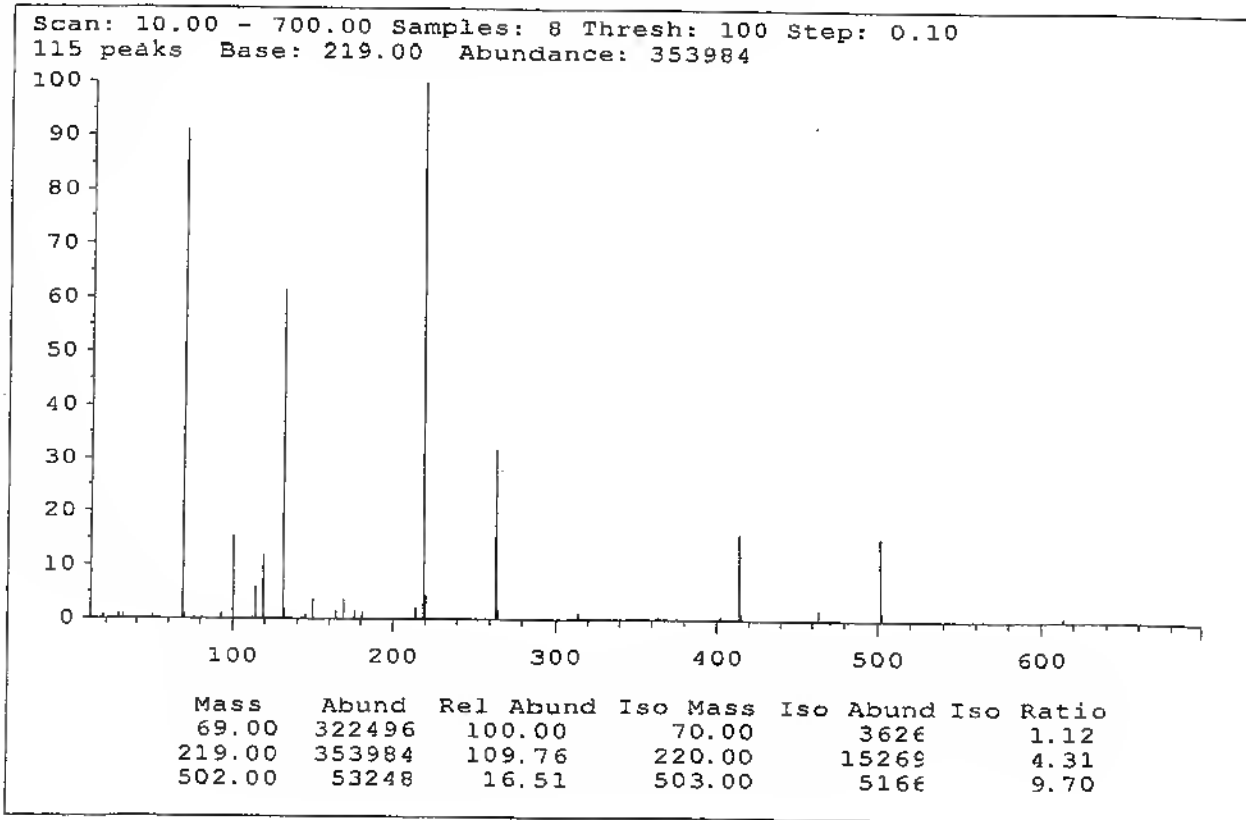
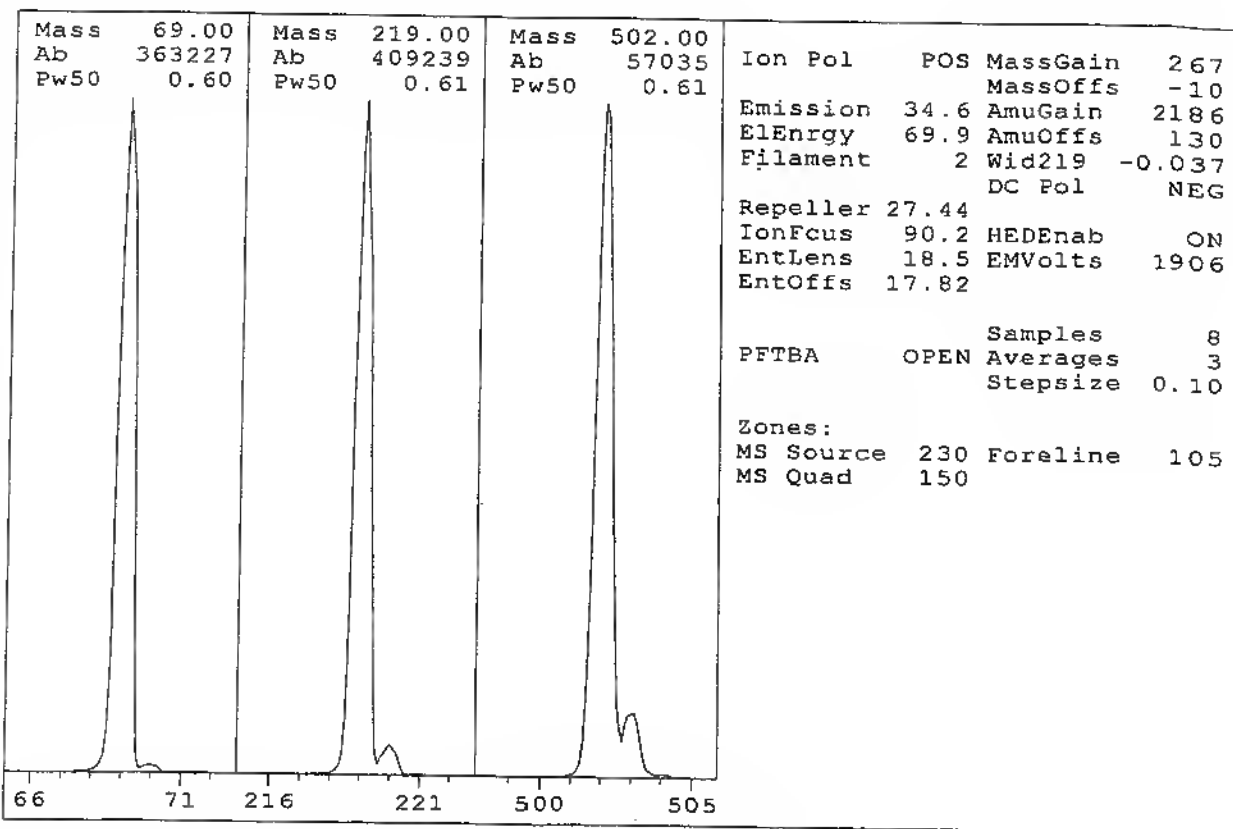
**3 - Sensibilité**

		Oui	Non
Screening	Recal / Mix conforme	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Conf	TP conforme – Fichier : 240871x Ac 01	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme – Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme – Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme – Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme – Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

Code opérateur et paraphe : *ACef*

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil*



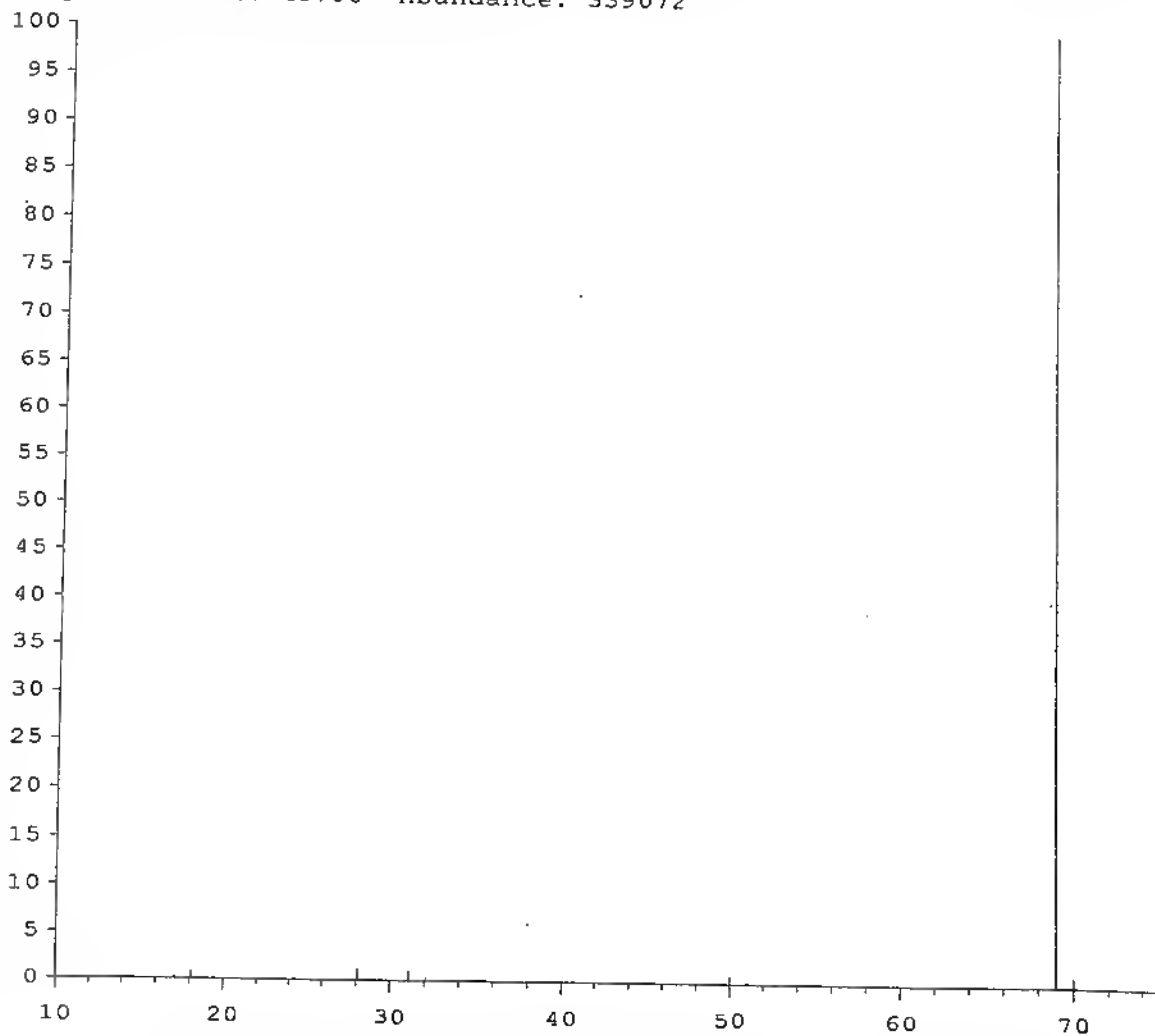
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Fri Aug 04 08:27:34 2006

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
 69 peaks Base: 69.00 Abundance: 339072



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	339072	100.00	70.00	3659	1.08
18.10	2819	0.83	19.00	32	1.14
28.10	4239	1.25	29.00	101	2.38

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.83	Water%
28/69 = 1.25	Nitrogen%
32/69 = 0.43	Oxygen%
44/69 = 0.06	Carbon Dioxide%
28/18 = 150.37	Nitrogen/Water%

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1 / 2
<b>MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI</b>		

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le

**28 OCT. 2005**

CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→271°C à 30°C/min 271°C→281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281→300°C à 5°C/min
Température finale:	300°C pendant 5 min <i>John</i>
Temps d'analyse:	45 min
Pression constante:	Ajuster le SI à environ 870s

INTERFACE

Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

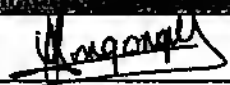


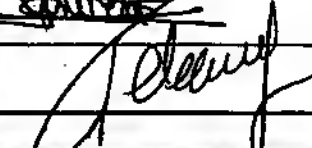
SPECIMEN

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
------	----------------	---

**MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI**

rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

**INFORMATIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

SPECIMEN

Batch Data Processing Results

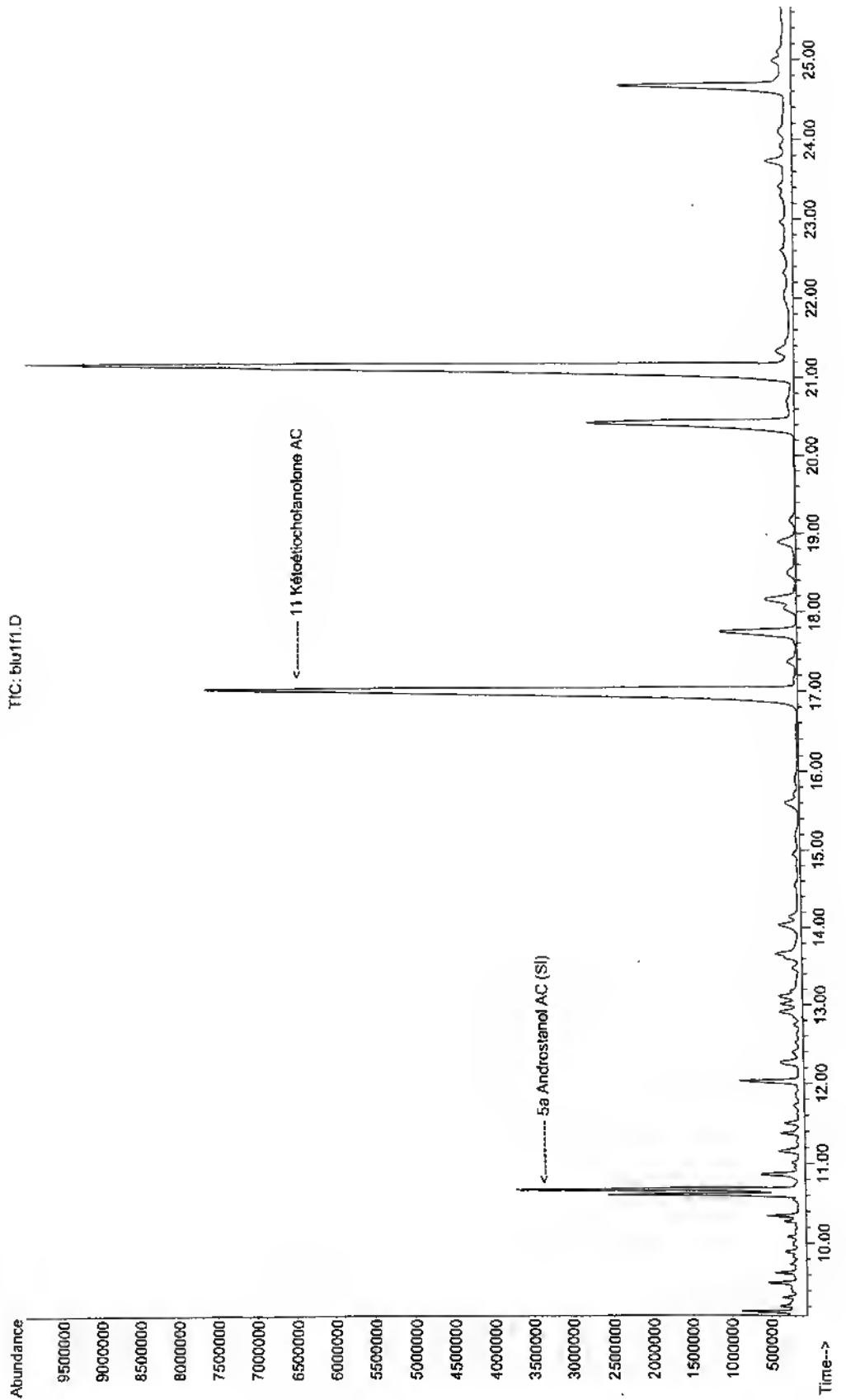
Data File Name : 040806  
 Autorun Setup File Name : 040806  
 Blank Subtraction : Disabled  
 Background Subtraction : Disabled  
 Reference Gas : Enabled  
 Ref Gas Delta (C13) : -34.50  
 Ref Gas Delta (O18) : -19.30  
 Current Time : 22:17:03  
 Current Date : 04/08/06

Sample Details		Elemental Isotopic			
No.	Name	Weight (mg)	Ref Type	% Comp (C)	Delta (C13) (O18)
1	Stabilite 1	0.000	Sam		
2	Stabilite 2	0.000	Sam		
3	Stabilite 3	0.000	Sam		
4	Stabilite 4	0.000	Sam		
5	Stabilite 5	0.000	Sam		
6	Mix Cal IRMS 003-1	0.000	Sam		
7	Mix Cal IRMS 003-2	0.000	Sam		-31.30 -40.0
8	Mix Cal IRMS 003-3	0.000	Sam		-31.68 -40.0
9	Mix Cal Acetate 001A-100ng inj	0.000	Sam		-31.42 -39.3
10	Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL			0.000 Sam	-
11	178/07 995474 F3/45uL inj 2uL			0.000 Sam	-31
12	Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL			0.000 Sam	-3
13	178/07 995474 F1/150uL inj 2uL			0.000 Sam	-3
14	Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL			0.000 Sam	-
15	178/07 995474 F2/850uL inj 2uL			0.000 Sam	-
16	Mix Cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	-

Sample Details		Weight (mg)	Ref Type	Atom % (C13)	Atom % XS (C13)
1	Stabilite 1	0.000	Sam		
2	Stabilite 2	0.000	Sam		
3	Stabilite 3	0.000	Sam		
4	Stabilite 4	0.000	Sam		
5	Stabilite 5	0.000	Sam		
6	Mix Cal IRMS 003-1	0.000	Sam	1.07683	-0.0344
7	Mix Cal IRMS 003-2	0.000	Sam	1.07641	-0.0348
8	Mix Cal IRMS 003-3	0.000	Sam	1.07670	-0.0345
9	Mix Cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	1.08114 -
10	Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07712 -0.
11	178/07 995474 F3/45uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07560 -0
12	Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07649 -0
13	178/07 995474 F1/150uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07751 -
14	Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07826 -
15	178/07 995474 F2/850uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07131 -
16	Mix Cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	1.08271 -



File : D:\MsD22\Aout06\0408\blu1f1.D  
Operator : 26  
Acquired : 4 Aug 2006 14:26 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name : Blu 1 F1  
Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100uL  
Vial Number: 4



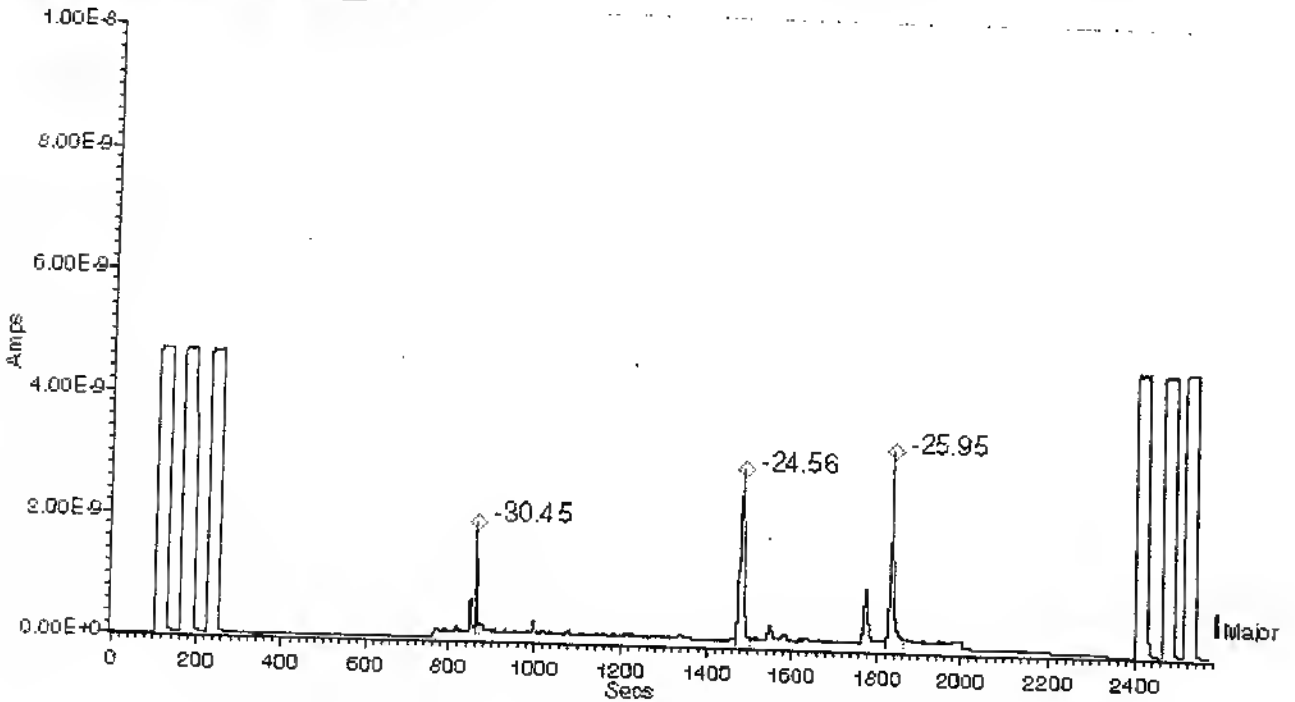
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename : DATA\_012      Folder : 040806  
            Date : 04/08/06      Time : 18:33:24  
            Comment : Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL:  
Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



THERE WAS NO PAGE 105 IN THE ORIGINAL  
DOCUMENTATION PACKAGE.

THIS PAGE IS INTENTIONALLY LEFT BLANK

Data Processing Results

Data File Name : DATA\_012  
 Folder : 040806  
 Sample Name : Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL  
 Sample ID :  
 Sample Position : 5  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 18:33:24 Date : 04/08/06  
 Current Time : 19:18:07 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.532E-8	1.1773E-2	4.2515E-3
182.6	8.541E-8	1.1773E-2	4.2517E-3
242.6	8.493E-8	1.1773E-2	4.2515E-3
2423.5	8.481E-8	1.1773E-2	4.2516E-3
2483.5	8.479E-8	1.1773E-2	4.2516E-3
2533.5	8.517E-8	1.1773E-2	4.2520E-3

Std Dev Of Fit 1.3906E-7 1.7907E-7

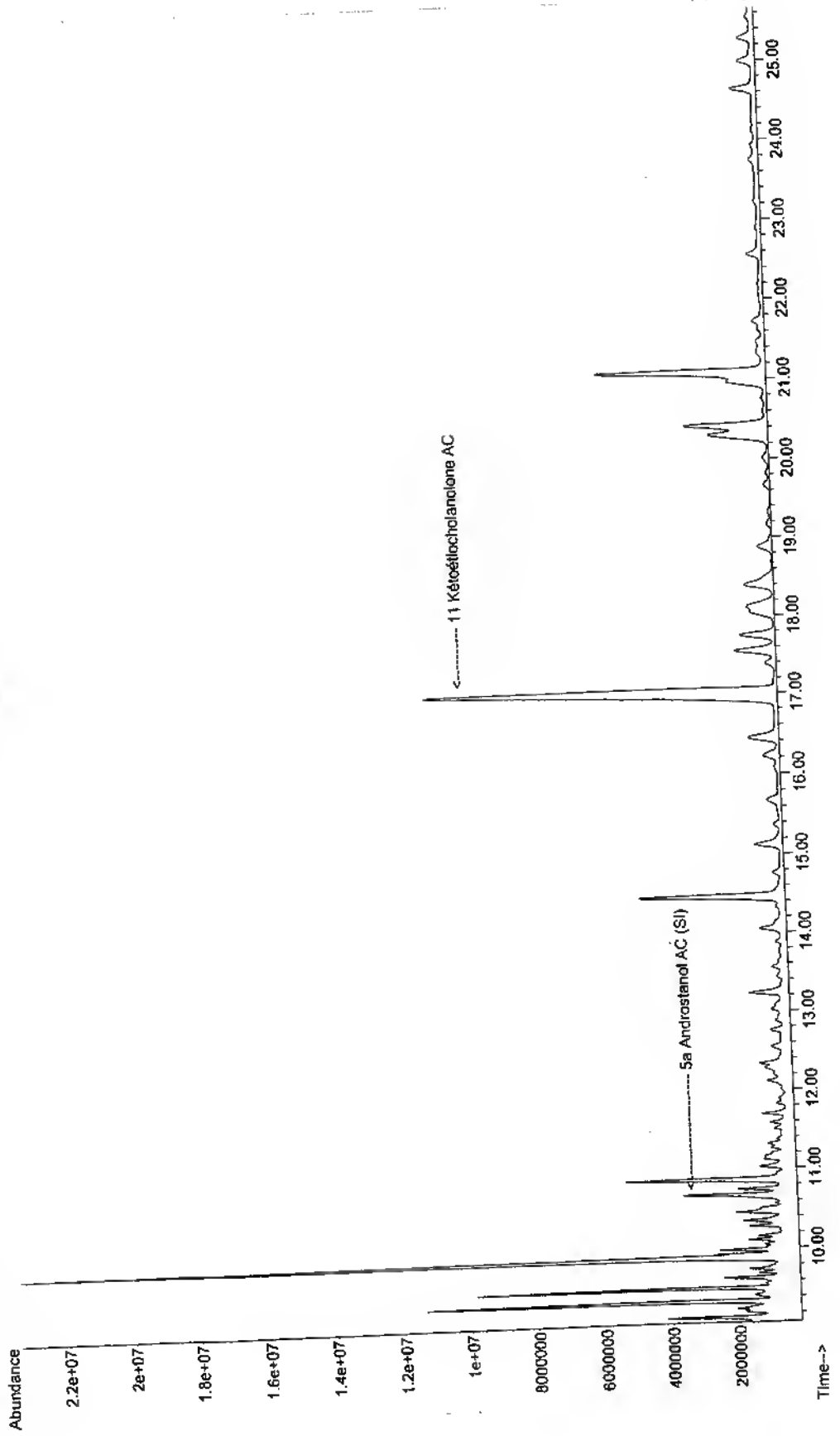
Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
869.6	1.97E-9	9.0004E-9	1.1813E-2	4.1841E-3	-30.45	-64.35	-34.89	18
1489.8	2.93E-9	3.0458E-8	1.1879E-2	4.1636E-3	-24.56	-62.12	-39.64	20
1843.5	3.29E-9	3.8707E-8	1.1864E-2	4.1725E-3	-25.95	-58.90	-37.61	18

106

File : D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f1.D  
Operator : 26  
Acquired : 4 Aug 2006 14:59 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name : 178/07 B995474 F1  
Misc Info : 178/07 B 995474 Fraction 1 dans 100uL  
Vial Number: 5

TIC: 17807474f1.D



Optima GC 1.67-2 - Manual DP

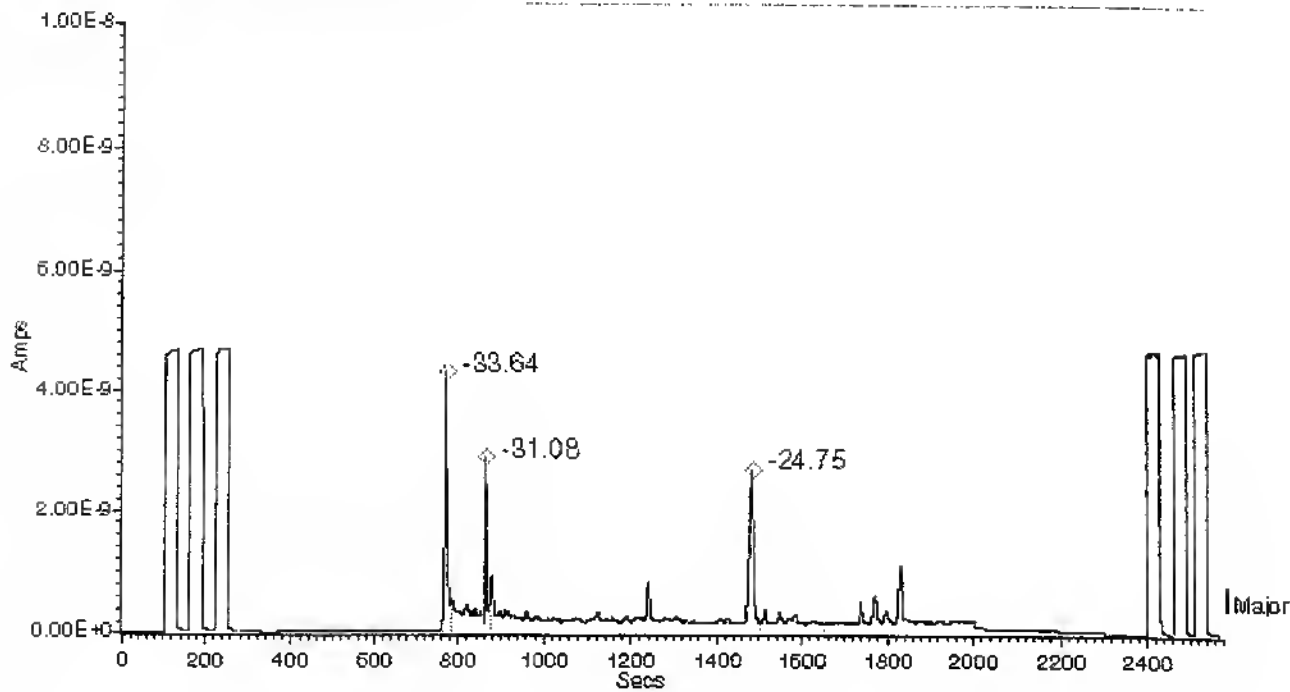
File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename : DATA\_013      Folder : 040806  
            Date : 04/06/05      Time : 19:18:09  
            Comment : 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL

Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_013  
 Folder : 040806  
 Sample Name : 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL  
 Sample ID :  
 Sample Position : 6  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 19:18:09 Date : 04/08/06  
 Current Time : 08:07:48 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data  
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

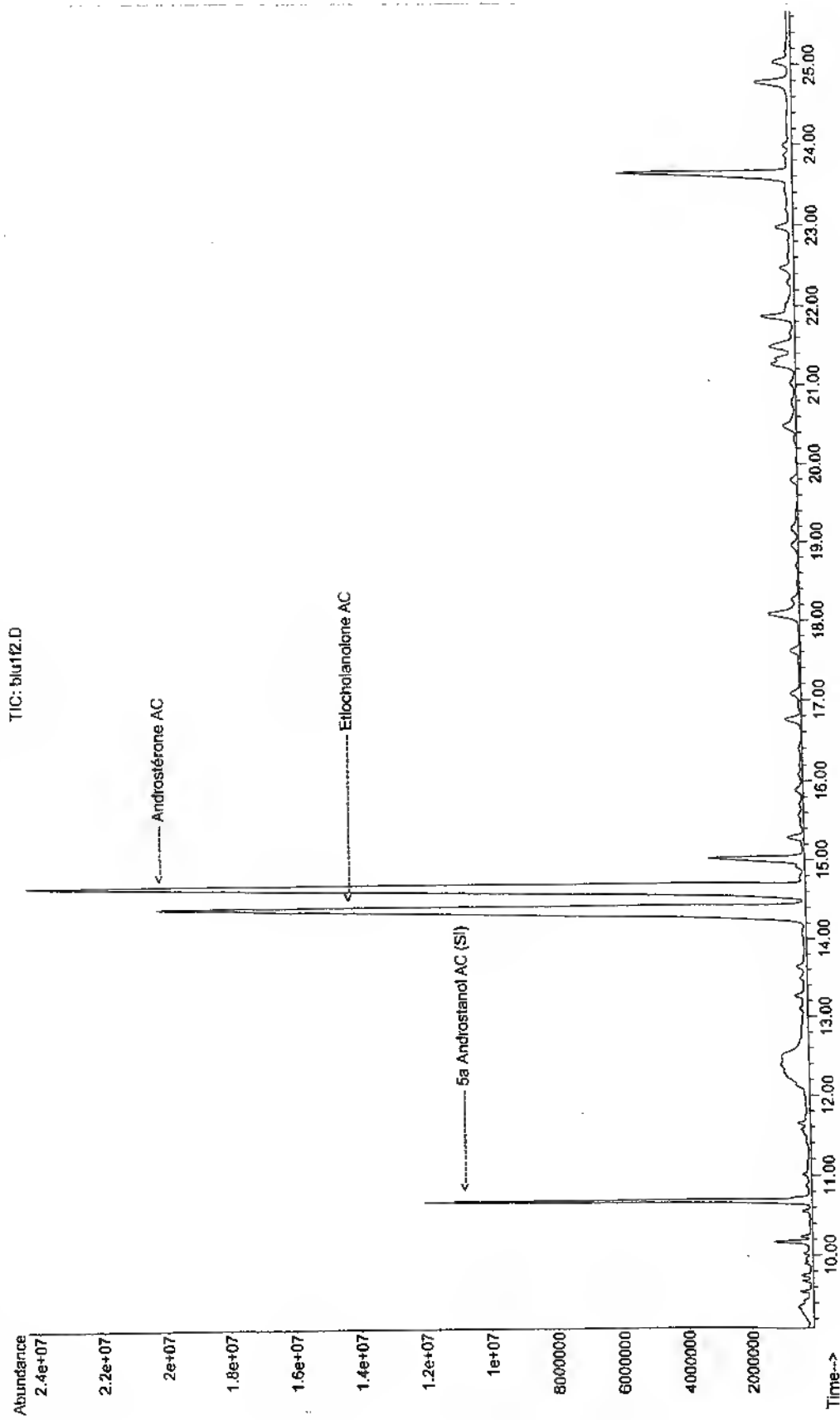
Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.496E-8	1.1774E-2	4.2514E-3
182.6	8.501E-8	1.1773E-2	4.2514E-3
242.7	8.541E-8	1.1773E-2	4.2517E-3
2423.5	8.495E-8	1.1775E-2	4.2521E-3
2483.5	8.456E-8	1.1775E-2	4.2522E-3
2533.5	8.598E-8	1.1775E-2	4.2528E-3

Std Dev Of Fit 3.6976E-7 2.8218E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	777.1	4.35E-9	2.3077E-8	1.1776E-2	4.1710E-3	-33.64	-129.52	-37.95	63
	870.2	2.90E-9	1.4257E-8	1.1809E-2	4.2083E-3	-31.08	-122.87	-29.33	42
	1490.1	2.72E-9	2.8456E-8	1.1879E-2	4.1846E-3	-24.75	-127.77	-34.88	58

File : D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f2.D  
Operator : 26  
Acquired : 4 Aug 2006 15:31 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name: Blu 1 F2  
Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400uL  
Vial Number: 6





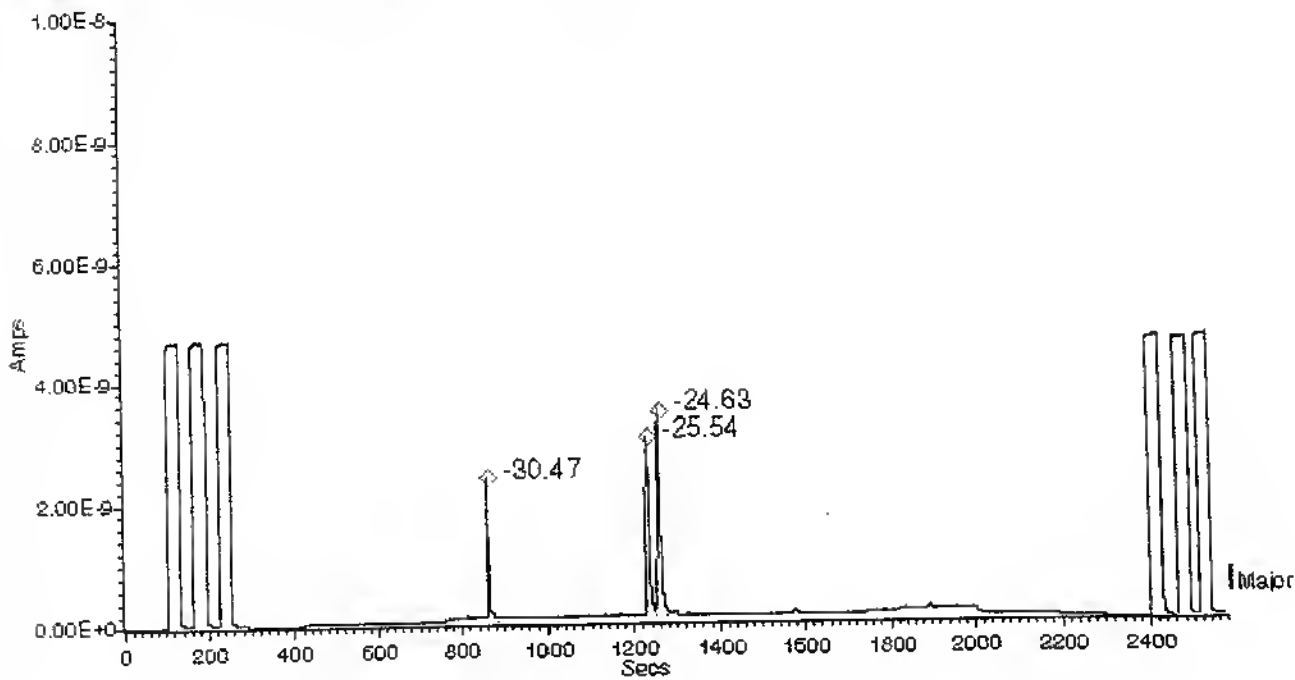
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename : DATA\_014      Folder : 040806  
            Date : 04/08/06      Time : 20:02:53  
            Comment : Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL  
Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



111



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_014  
 Folder : 040806  
 Sample Name : Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL  
 Sample ID :  
 Sample Position : 7  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 20:02:53 Date : 04/08/06  
 Current Time : 08:18:20 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.496E-8	1.1776E-2	4.2531E-3
182.6	8.503E-8	1.1776E-2	4.2531E-3
242.6	8.494E-8	1.1776E-2	4.2528E-3
2423.5	8.442E-8	1.1774E-2	4.2519E-3
2483.5	8.385E-8	1.1774E-2	4.2515E-3
2533.5	8.462E-8	1.1773E-2	4.2518E-3

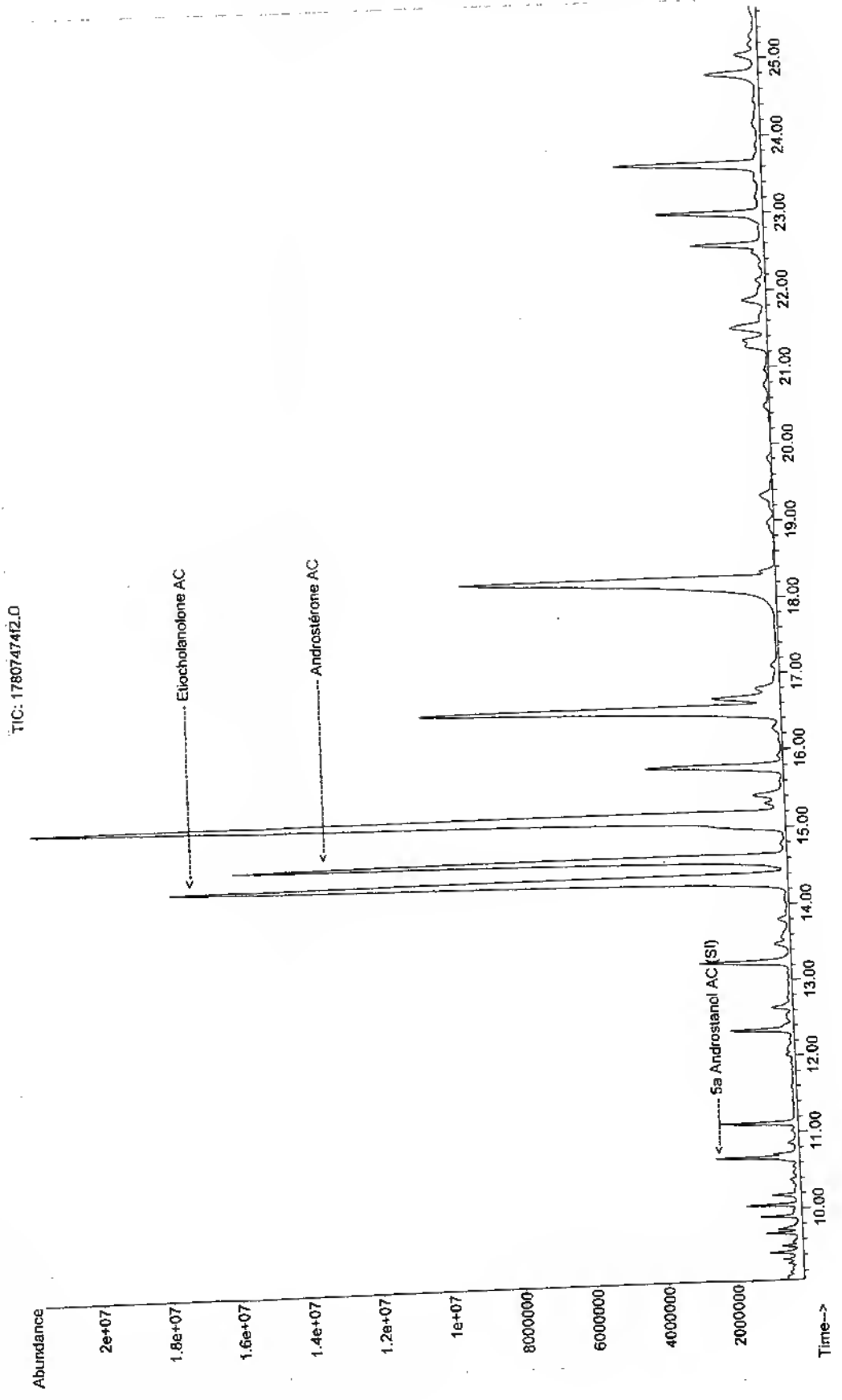
Std Dev Of Fit 3.6403E-7 1.7354E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
869.0	2.38E-9	1.2861E-8	1.1814E-2	4.1675E-3	-30.47	-71.51	-38.95	27
1241.0	3.05E-9	2.4953E-8	1.1870E-2	4.1678E-3	-25.54	-68.90	-38.86	27
267.5	3.48E-9	2.7395E-8	1.1880E-2	4.1669E-3	-24.63	-68.70	-39.06	27

File : D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f2.D  
Operator : 26  
Acquired : 4 Aug 2006 16:03 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name : 178/07 B995474 F2  
Misc Info : 178/07 B 995474 Fraction 2 dans 400pL  
Vial Number: 7



Optima GC 1.67-2 - Manual DP

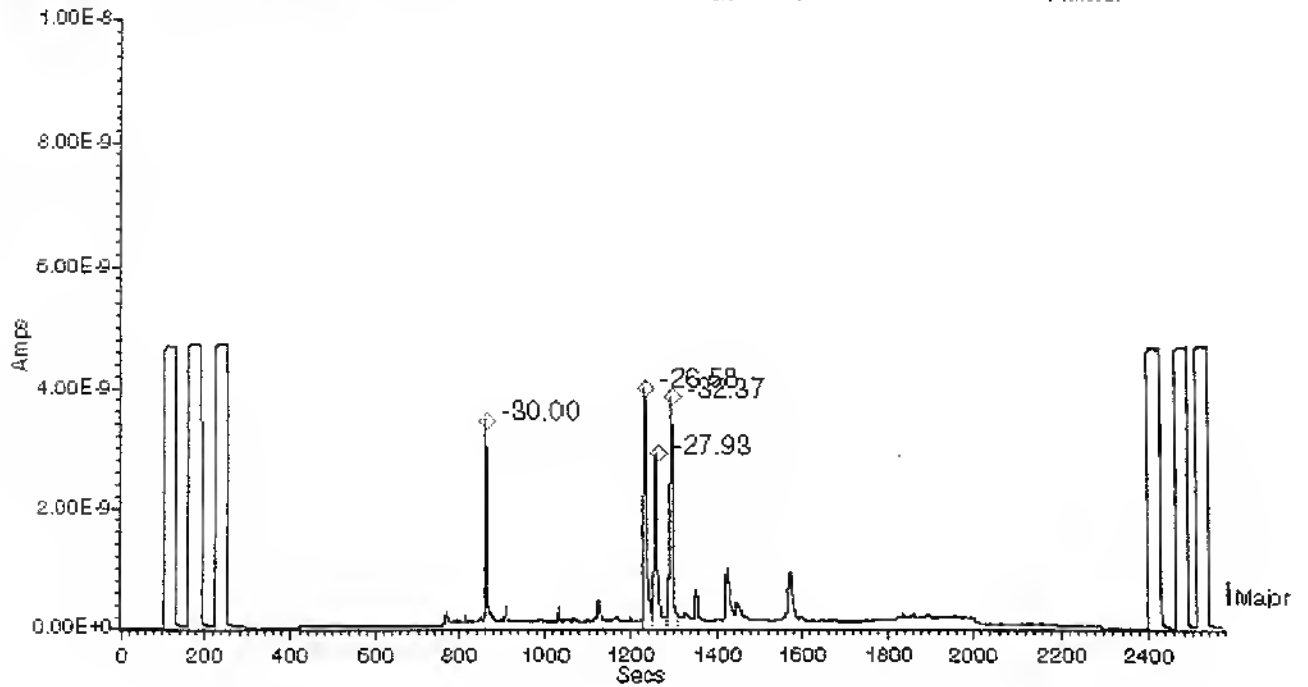
File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename: DATA\_015      Folder: 040806  
            Date: 04/08/06            Time: 20:47:38  
            Comment: 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL

Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_015  
 Folder : 040806  
 Sample Name : 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL  
 Sample ID :  
 Sample Position : 8  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 20:47:38 Date : 04/08/06  
 Current Time : 08:03:23 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

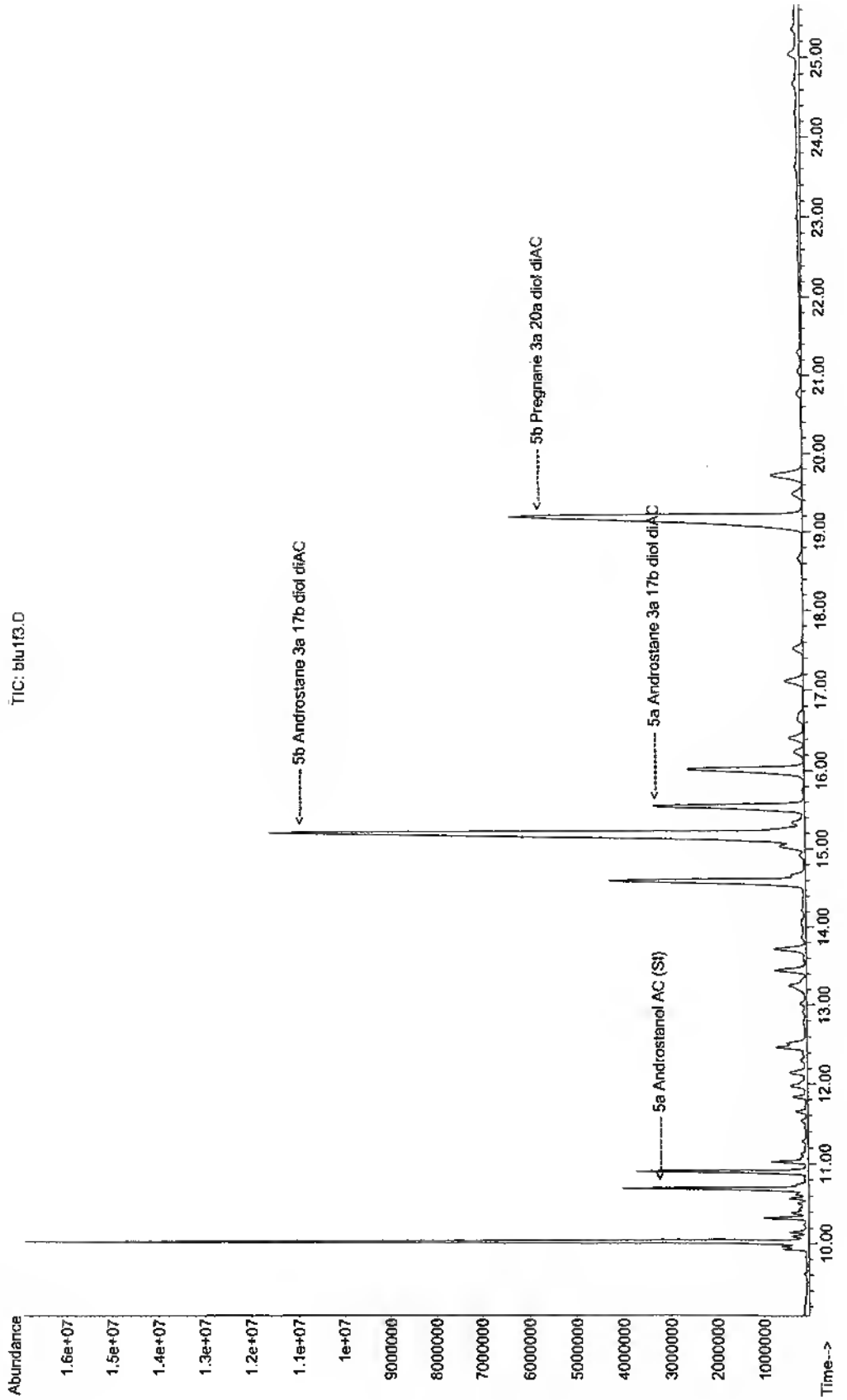
Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.556E-8	1.1774E-2	4.2526E-3
182.5	8.604E-8	1.1775E-2	4.2533E-3
242.5	8.602E-8	1.1775E-2	4.2537E-3
2423.4	8.506E-8	1.1773E-2	4.2517E-3
2483.5	8.522E-8	1.1773E-2	4.2517E-3
2533.5	8.602E-8	1.1773E-2	4.2523E-3

Std Dev Of Fit 5.2841E-7 4.9662E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
870.1	3.47E-9	1.6473E-8	1.1818E-2	4.1661E-3	-30.00	-65.04	-39.32	21
1241.1	4.00E-9	3.2334E-8	1.1856E-2	4.1657E-3	-26.58	-61.51	-39.38	21
1266.9	2.92E-9	2.1992E-8	1.1841E-2	4.1682E-3	-27.93	-60.71	-38.79	21
1301.9	3.84E-9	3.1072E-8	1.1791E-2	4.1696E-3	-32.37	-59.44	-38.45	20

File : D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f3.D  
Operator : 26  
Acquired : 4 Aug 2006 13:22 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name: Blu 1 F3  
Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL  
Vial Number: 2

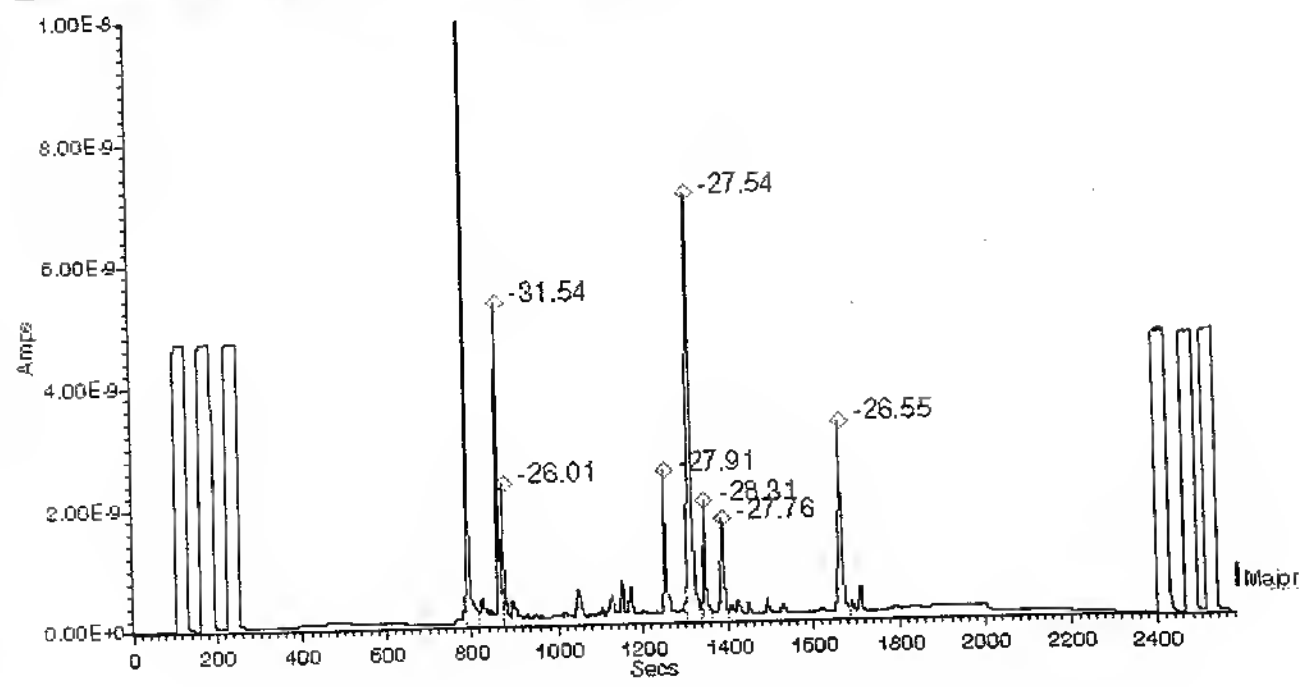


File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename : DATA\_010      Folder : 040806  
            Date : 04/08/06      Time : 17:03:53  
            Comment : Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL :  
Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window





Data Processing Results

Data File Name : DATA 010  
 Folder : 040806  
 Sample Name : Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL  
 Sample ID :  
 Sample Position : 3  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 17:03:53 Date : 04/08/06  
 Current Time : 07:47:30 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.545E-8	1.1774E-2	4.2514E-3
182.6	8.537E-8	1.1773E-2	4.2513E-3
242.7	8.497E-8	1.1773E-2	4.2507E-3
2423.5	8.468E-8	1.1772E-2	4.2505E-3
2483.5	8.400E-8	1.1772E-2	4.2507E-3
2533.5	8.435E-8	1.1772E-2	4.2508E-3

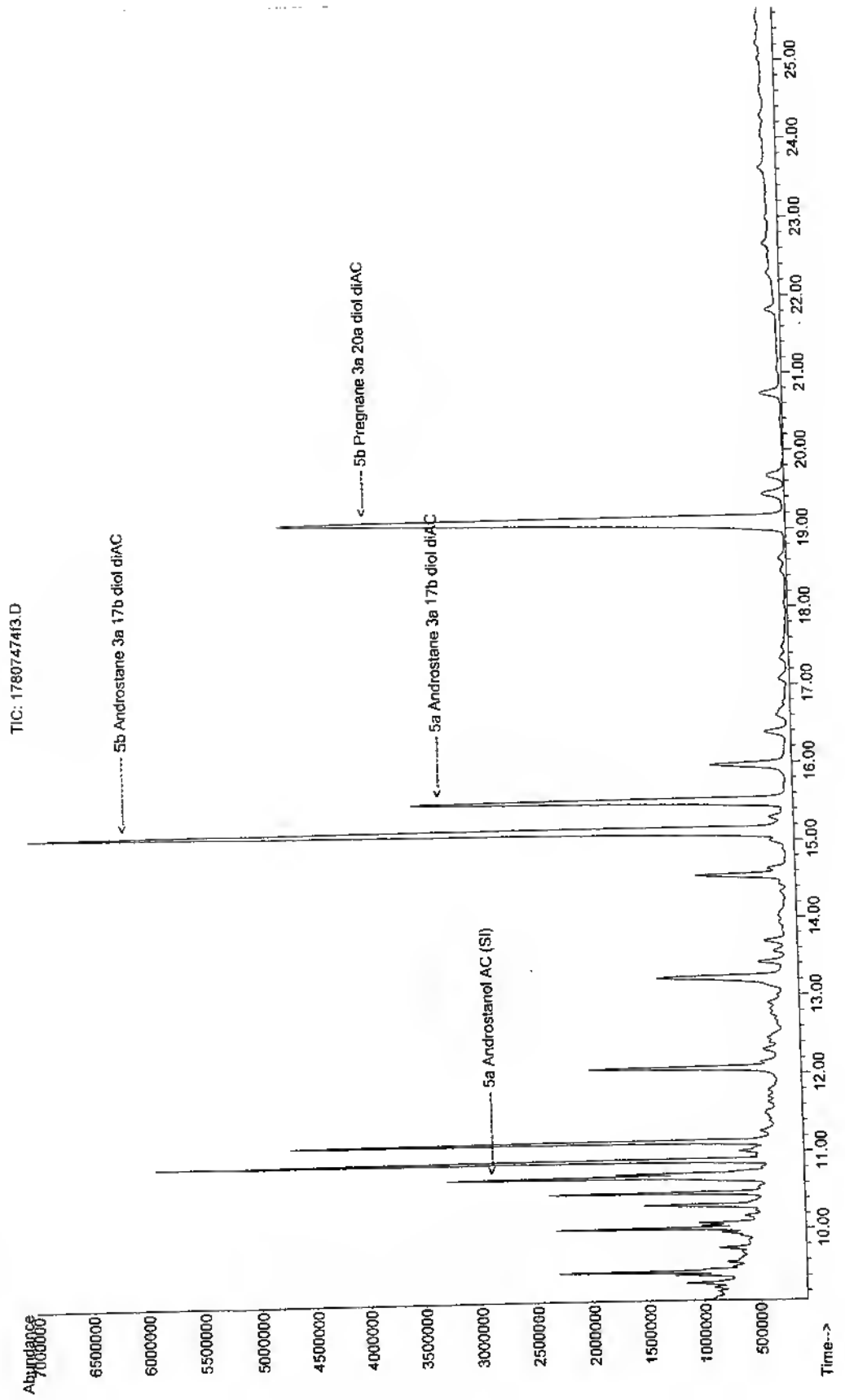
Std Dev Of Fit 3.7547E-7 2.7523E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
799.0	1.36E-8	5.8132E-8	1.1877E-2	4.1762E-3	-24.77	-67.24	-36.59	17
872.4	5.30E-9	2.2912E-8	1.1801E-2	4.1836E-3	-31.54	-66.95	-34.88	17
881.1	2.34E-9	1.2956E-8	1.1867E-2	4.2171E-3	-26.01	-66.81	-27.15	17
1260.3	2.49E-9	2.2592E-8	1.1843E-2	4.1987E-3	-27.91	-65.40	-31.37	19
1323.0	7.04E-9	6.5008E-8	1.1845E-2	4.1705E-3	-27.54	-65.35	-37.87	20
1353.8	1.98E-9	1.6534E-8	1.1838E-2	4.1904E-3	-28.31	-65.37	-33.27	20
1394.3	1.68E-9	1.5157E-8	1.1844E-2	4.1913E-3	-27.76	-65.37	-33.08	20
1674.1	3.26E-9	3.5570E-8	1.1856E-2	4.1632E-3	-26.55	-65.86	-39.55	22

File : D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f3.D  
Operator : 26  
Acquired : 4 Aug 2006 13:54 using AcqMethod MAN\_52.M  
Instrument : MSD22  
Sample Name : 178/07 B995474 F3  
Misc Info : 178/07 B 995474 Fraction 3 dans 100µL  
Vial Number: 3



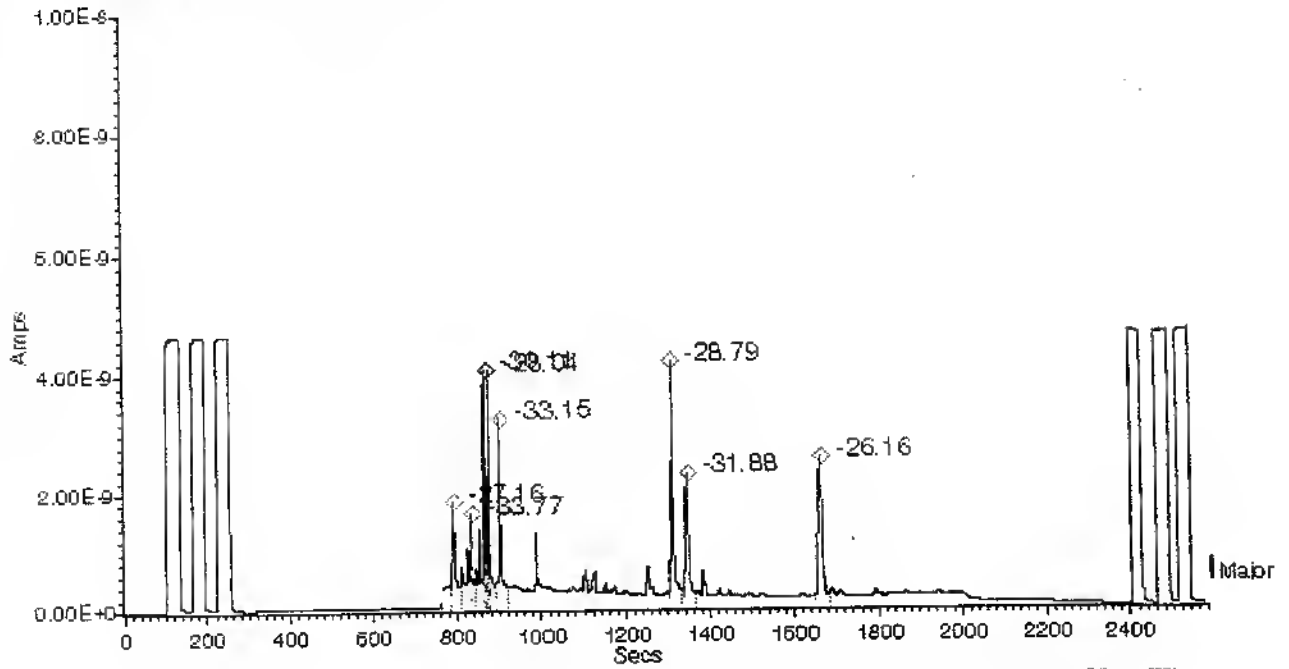
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename : DATA\_011      Folder : 040806  
            Date : 04/08/06      Time : 17:48:39  
            Comment : 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL :  
Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_011  
 Folder : 040806  
 Sample Name : 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL  
 Sample ID :  
 Sample Position : 4  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 17:48:39 Date : 04/08/06  
 Current Time : 08:54:31 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data  
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.7	8.465E-8	1.1772E-2	4.2501E-3
182.7	8.465E-8	1.1771E-2	4.2504E-3
242.7	8.459E-8	1.1771E-2	4.2502E-3
2423.5	8.450E-8	1.1772E-2	4.2501E-3
2483.6	8.436E-8	1.1772E-2	4.2501E-3
2533.5	8.541E-8	1.1772E-2	4.2506E-3

Std Dev Of Fit                      3.1407E-7                      2.2560E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
797.1	1.84E-9	1.7724E-8	1.1857E-2	4.2650E-3	-27.16	-59.49	-15.91	8
839.1	1.63E-9	9.1742E-9	1.1778E-2	4.2295E-3	-33.77	-59.43	-24.09	9
871.9	4.08E-9	1.7193E-8	1.1816E-2	4.1820E-3	-30.11	-59.39	-35.07	9
880.6	4.07E-9	2.2454E-8	1.1841E-2	4.1969E-3	-28.04	-59.16	-31.63	9
909.0	3.27E-9	2.5928E-8	1.1785E-2	4.2250E-3	-33.15	-58.98	-25.14	9
1318.2	4.22E-9	3.9586E-8	1.1830E-2	4.1764E-3	-28.79	-57.10	-36.38	12
1352.4	2.33E-9	2.1502E-8	1.1796E-2	4.1861E-3	-31.88	-56.94	-34.13	12
1671.2	2.57E-9	2.9485E-8	1.1859E-2	4.1584E-3	-26.16	-55.38	-40.52	14

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : E
		Date : 24/11/05
		Page : 1/2
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS</b>		

Echantillon : 178/07 B995474

Instrument : GC/C/IRMS Isoprime 1

Répertoire: 040806

CO et paraphe: 2605

Valeur isotopique du réactif de dérivation: -53

**Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)**

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	data_012	data_012	data_013	data_013
tr (s)	870	1490	870	1490
trr	-	1.713	-	1.712
Intensité (nA)	2.0	2.9	2.9	2.7
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30.45	-24.56	-31.08	-24.75
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-21.57	-	-21.78

**Fraction F2 (Kétos)**

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	data_014	data_014	data_014	data_015	data_015	data_015
tr (s)	869	1241	1268	870	1241	1267
trr	-	1.428	1.459	-	1.426	1.456
Intensité (nA)	2.4	3.1	3.5	3.5	4.0	2.9
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30.47	-25.54	-24.63	-30.00	-26.58	-27.93
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-22.65	-21.64	-	-23.80	-25.29

**Fraction F3 (Diols)**

	Blanc urinaire			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	data_010	data_010	data_010	data_010
tr (s)	872	1323	1354	1674
trr	-	1.517	1.552	1.919
Intensité (nA)	5.3	7.0	2.0	3.3
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-31.54	-27.54	-28.31	-26.55
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-22.18	-23.11	-21.51

	Echantillon			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	data_011	data_011	data_011	data_011
tr (s)	872	1318	1352	1671
trr	-	1.512	1.551	1.917
Intensité (nA)	4.1	4.2	2.3	2.6
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30.11	-28.79	-31.88	-26.16
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-23.69	-27.43	-21.05

<b>LNDD</b>	<b>ENREGISTREMENT</b>	Codification : E-FCR-06
		Version : E
		Date : 24/11/05
		Page : 2/2
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS</b>		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17.58	-26.27	α	
Etio	-19.56	-26.10	α	
Andro	-18.43	-25.02		α
5β Adiol	-18.55	-26.97	α	
5α Adiol	-18.59	-27.40		α
5β Pdiol	-18.25	-25.55	α	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-1.08	-1.22	-2.02	-2.82
Andro - 11 Kétoétio	-0.08	-2.71	-3.51	-4.31
5β Adiol - 5β Pdiol	-0.67	-1.85	-2.65	-3.45
5α Adiol - 5β Pdiol	-1.60	-5.59	-6.39	-7.19

Seuil de positivité de l'AMA:  $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$   
 $\delta^{13}\text{C}$  du composé  $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode:  $\pm 0,8 \text{‰}$

### Conclusion

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.51‰ et -6.39‰ respectivement pour les métabolites androstérone et 5α androstanediol.

*Partie à remplir par le responsable*

Paraphe du responsable:

Observations:



USADA 0352

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

123

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS</b>		

Numéro d'échantillon : 1781A 8995474

Numéro d'identification de l'appareil : 15772161

Instruction de confirmation : Conf 3)

**1. Tune**

Spécification : plateau du peak Centre  $\geq 10$  V

Tune conforme :            oui             non

**2. Stabilité de l'instrument**

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1  $\leq 0.5$  %

Stabilité conforme :            oui             non

**3. Précision de l'instrument**

Code de la solution Mix Cal IRMS: 003

**Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:**

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32.36	-27.86	-31.86	-31.37
Ecart-type	0.07	0.11	0.10	0.10

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes  $\leq 0.5$  %

Précision conforme :            oui             non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS</b>		

**4. Calibration de l'instrument**

Code de la solution Mix Cal Acétate: CS1A

**Valeurs obtenues (%):**

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
<u>date - 009</u>	<u>-30.40</u>	<u>-19.98</u>	<u>-33.71</u>	<u>-16.74</u>
<u>date - 016</u>	<u>-30.25</u>	<u>-19.85</u>	<u>-33.63</u>	<u>-16.67</u>

**Intervalle de valeurs acceptables:**

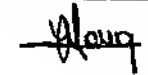
	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes : oui  non

**Résultats : CONFORME / ~~NON CONFORME~~**  
Rayer la mention inutile

Observations:

**Validation**

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
<u>4/8/16</u>	<u>280f</u>	<u>05/08/16</u>	<u>49</u> 

*Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné  
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.*



Optima GC 1.67-2

Inlet Mass Spec Scan Tests Analysis User Program Config Help

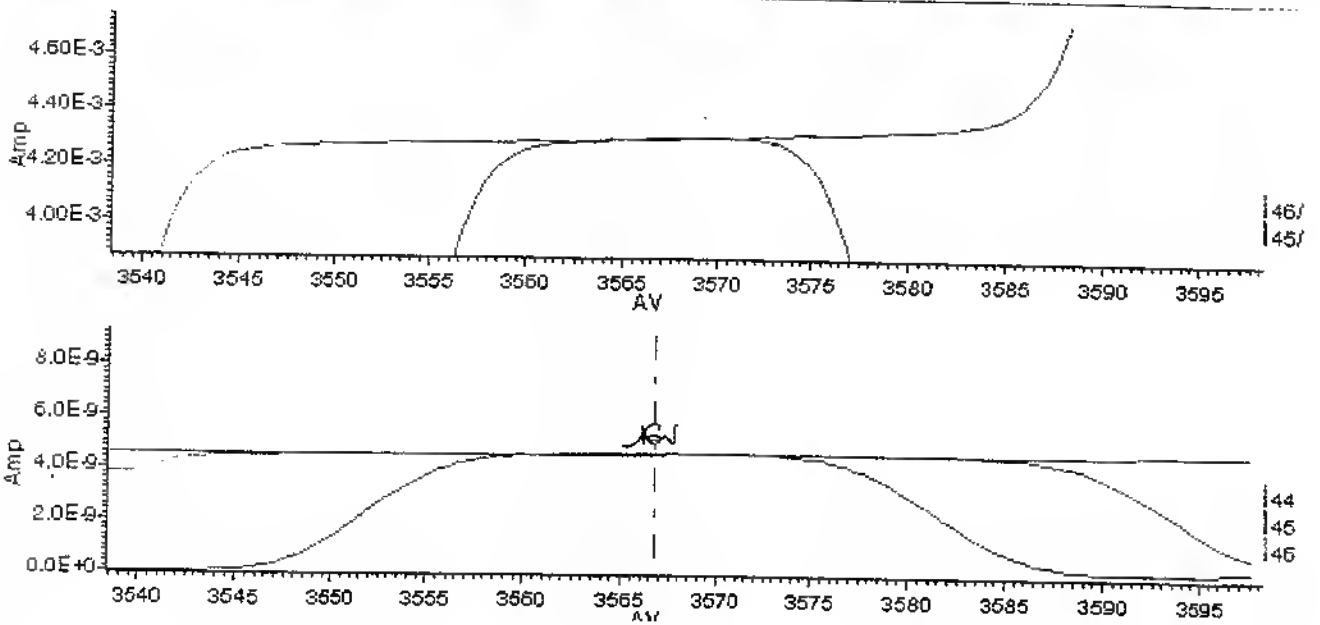
Current Mass: 45.00 Date: 04/08/06 Time: 10:21:22

Mass-44 = 4.6664E-9 A  
Mass-45 = 5.4958E-11 A  
Mass-46 = 2.0058E-11 A

FID = 0.11610 V  
Srce status = 0  
Penning = 2.8E-6 mBar  
Pirani = 1.4E-2 mBar  
Turbo speed = 1.0E+2 mBar

Scan Display Window

Graph Cursor Lines Window Scan



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_005  
 Folder : 040806  
 Sample Name : Stabilite 5  
 Sample ID :  
 Sample Position : 1  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : CO2-STAB  
 Batch Name : 040806  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 11:08:45 Date : 04/08/06  
 Current Time : 11:19:48 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.5	8.495E-8	1.1779E-2	4.2534E-3
102.5	8.499E-8	1.1779E-2	4.2535E-3
162.6	8.506E-8	1.1779E-2	4.2539E-3
222.6	8.502E-8	1.1779E-2	4.2538E-3
282.6	8.494E-8	1.1779E-2	4.2542E-3
342.6	8.489E-8	1.1779E-2	4.2543E-3
402.6	8.451E-8	1.1779E-2	4.2542E-3
462.7	8.487E-8	1.1779E-2	4.2543E-3
522.7	8.458E-8	1.1779E-2	4.2540E-3
582.7	8.439E-8	1.1779E-2	4.2538E-3

Std Dev Of Fit 1.7272E-7 2.7766E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2  
 Time Height Area 2/1 3/1 dC13Pk dO18Pk

---

Data Processing Results

Data File Name : DATA\_006  
 Folder : 040806  
 Sample Name : Mix Cal IRMS 003-1  
 Sample ID :  
 Sample Position : 1  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-38  
 Batch Name : 040806  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 11:30:41 Date : 04/08/06  
 Current Time : 11:46:25 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.498E-8	1.1778E-2	4.2537E-3
102.6	8.503E-8	1.1778E-2	4.2534E-3
742.8	8.421E-8	1.1777E-2	4.2519E-3
802.9	8.412E-8	1.1776E-2	4.2519E-3

Std Dev Of Fit 1.2485E-7 1.0555E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2						
Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
191.6	5.57E-9	1.4452E-8	1.1796E-2	4.1786E-3	-32.30	-36.54
259.1	4.36E-9	1.2956E-8	1.1848E-2	4.1803E-3	-27.78	-36.13
350.9	4.90E-9	1.4134E-8	1.1801E-2	4.1745E-3	-31.79	-37.39
538.2	5.18E-9	1.4106E-8	1.1805E-2	4.1624E-3	-31.30	-40.09

Data Processing Results

Data File Name : DATA\_007  
 Folder : 040806  
 Sample Name : Mix Cal IRMS 003-2  
 Sample ID :  
 Sample Position : 1  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-38  
 Batch Name : 040806  
 Runtime User : micromass  
 Acquisition Time : 11:46:27 Date : 04/08/06  
 Current Time : 12:06:32 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.5	8.470E-8	1.1776E-2	4.2527E-3
102.6	8.526E-8	1.1777E-2	4.2529E-3
742.8	8.343E-8	1.1777E-2	4.2518E-3
802.8	8.391E-8	1.1776E-2	4.2516E-3

Std Dev Of Fit 4.2211E-7 1.2081E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
	191.1	3.77E-9	8.8306E-9	1.1793E-2	4.1702E-3	-32.44	-38.33
	257.4	2.88E-9	7.8902E-9	1.1844E-2	4.1722E-3	-27.99	-37.85
	349.8	3.23E-9	8.7038E-9	1.1798E-2	4.1711E-3	-31.93	-38.05
	536.7	3.50E-9	8.2134E-9	1.1803E-2	4.1643E-3	-31.44	-39.56

Data Processing Results

Data File Name : DATA\_008  
 Folder : 040806  
 Sample Name : Mix Cal IRMS 003-3  
 Sample ID :  
 Sample Position : 1  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-38  
 Batch Name : 040806  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 12:02:11 Date : 04/08/06  
 Current Time : 12:21:06 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data  
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.5	8.462E-8	1.1776E-2	4.2524E-3
102.6	8.517E-8	1.1776E-2	4.2526E-3
742.8	8.365E-8	1.1777E-2	4.2519E-3
803.1	8.370E-8	1.1776E-2	4.2520E-3

Std Dev Of Fit 4.2009E-7 1.8134E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
191.1	5.45E-9	1.2876E-8	1.1793E-2	4.1690E-3	-32.33	-38.56
257.7	4.25E-9	1.1751E-8	1.1845E-2	4.1710E-3	-27.81	-38.09
349.8	4.83E-9	1.3084E-8	1.1799E-2	4.1708E-3	-31.80	-38.12
536.8	5.46E-9	1.2814E-8	1.1806E-2	4.1655E-3	-31.22	-39.31

Data Processing Results

Data File Name : DATA\_009  
 Folder : 040806  
 Sample Name : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj  
 Sample ID :  
 Sample Position : 2  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 12:24:14 Date : 04/08/06  
 Current Time : 13:45:11 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.5	8.507E-8	1.1776E-2	4.2528E-3
182.6	8.550E-8	1.1776E-2	4.2528E-3
242.6	8.493E-8	1.1776E-2	4.2530E-3
2423.4	8.422E-8	1.1775E-2	4.2523E-3
2483.5	8.354E-8	1.1775E-2	4.2518E-3
2533.5	8.443E-8	1.1775E-2	4.2521E-3

Std Dev Of Fit 9.2732E-8 1.7392E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
870.6	4.30E-9	2.0644E-8	1.1815E-2	4.1628E-3	-30.40	-76.48	-40.04	32
1241.8	4.36E-9	3.5212E-8	1.1934E-2	4.1653E-3	-19.98	-74.28	-39.45	31
1316.7	3.35E-9	2.6894E-8	1.1777E-2	4.1662E-3	-33.71	-74.11	-39.21	31
1491.1	2.83E-9	3.1504E-8	1.1971E-2	4.1687E-3	-16.74	-74.00	-38.66	31

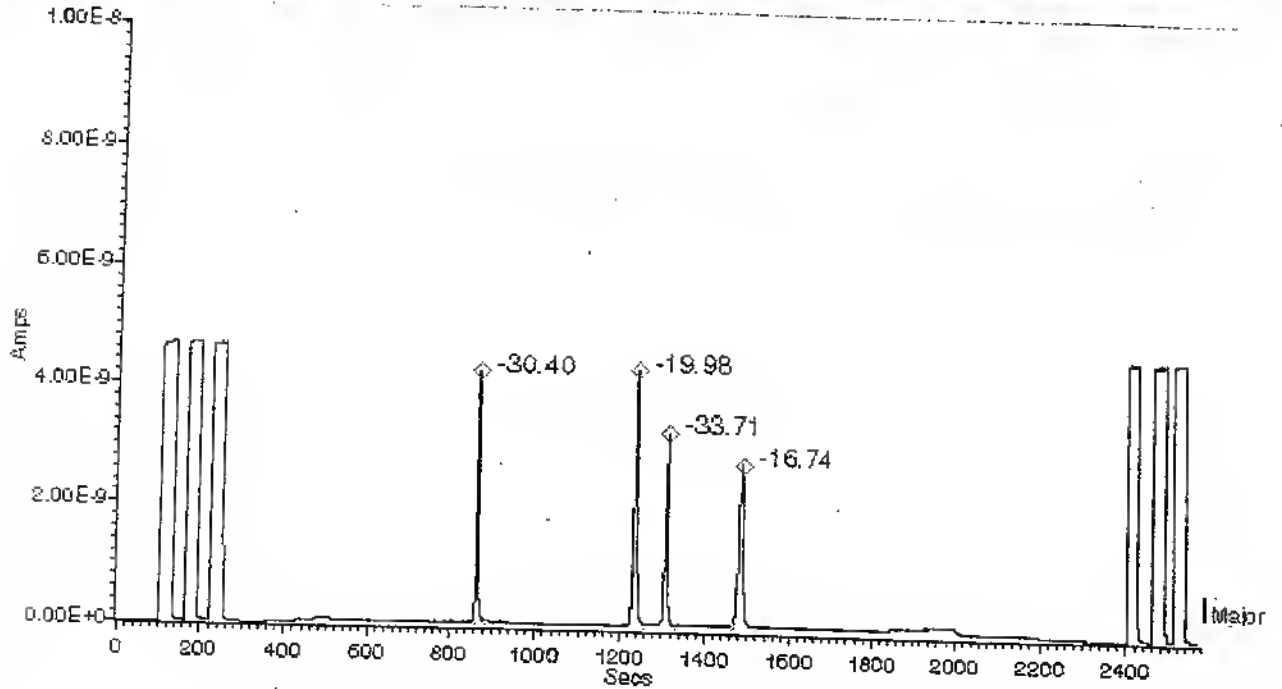
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename : DATA\_009      Folder : 040806  
Date : 04/08/06      Time : 12:24:14  
Comment : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj  
Parameters      Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA\_016  
 Folder : 040806  
 Sample Name : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj  
 Sample ID :  
 Sample Position : 9  
 Injection Size : 0.0000  
 Sample Type : Sam  
 Method : M-AN-41  
 Batch Name :  
 RunTime User : micromass  
 Acquisition Time : 21:32:21 Date : 04/08/06  
 Current Time : 07:33:19 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data  
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.5	8.534E-8	1.1775E-2	4.2534E-3
182.6	8.513E-8	1.1775E-2	4.2533E-3
242.6	8.502E-8	1.1774E-2	4.2532E-3
2423.4	8.433E-8	1.1774E-2	4.2522E-3
2483.4	8.404E-8	1.1774E-2	4.2518E-3
2533.5	8.484E-8	1.1773E-2	4.2521E-3

Std Dev Of Fit 4.6218E-7 1.1639E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
870.5	4.31E-9	1.9411E-8	1.1815E-2	4.1647E-3	-30.25	-79.02	-39.67	34
1241.6	4.22E-9	3.4868E-8	1.1933E-2	4.1679E-3	-19.95	-77.29	-38.91	33
1316.1	3.28E-9	2.7273E-8	1.1777E-2	4.1695E-3	-33.63	-77.27	-38.50	32
1490.4	2.97E-9	3.0767E-8	1.1970E-2	4.1690E-3	-16.68	-77.62	-38.62	32



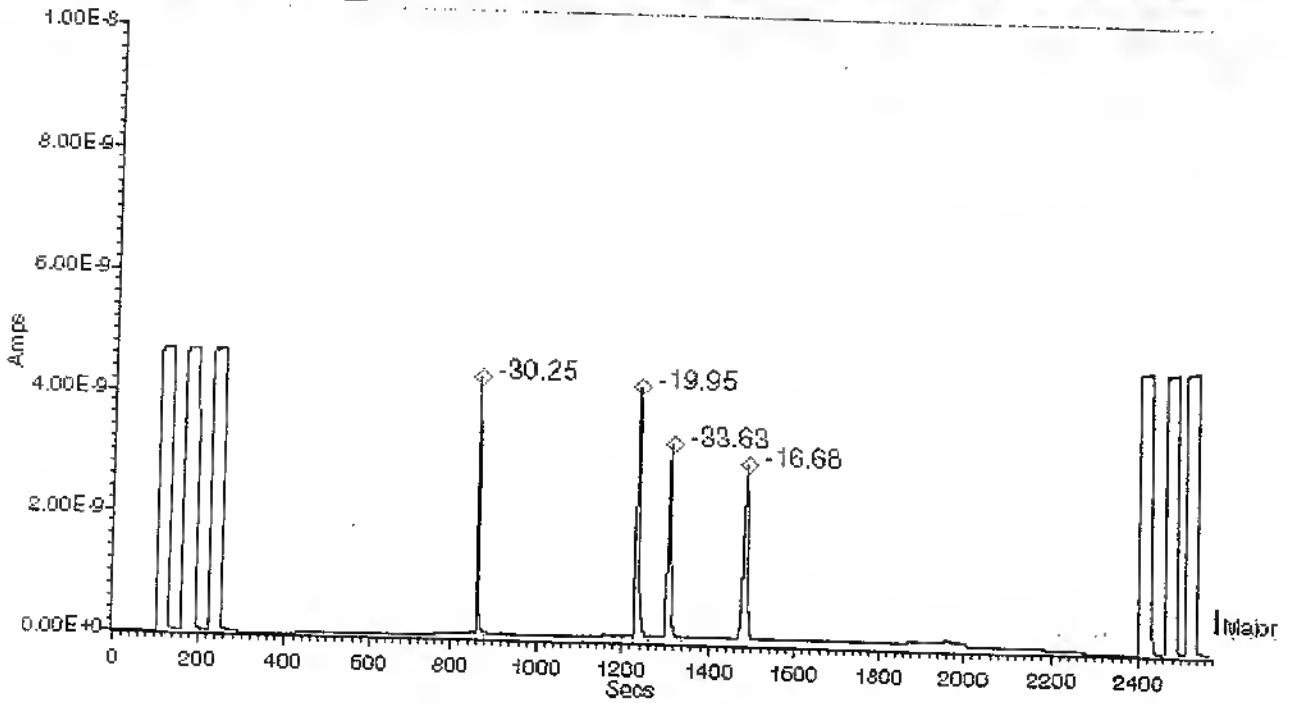
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data      Filename : DATA\_016      Folder : 040806  
            Date : 04/08/06      Time : 21:32:21  
            Comment : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj  
Parameters      Automatic DP Params

√ Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



USADA 0364

**RAPPORT DE CONTRE ANALYSE**

*Demandes de contre-analyse de l'UCI et de l'USADA du 31 juillet 2006 suite au rapport  
d'analyse n°178/07-1*

**Prélèvements du Dr. BORDABERRY**

Organisme : Cyclisme (UCI)  
Épreuve et lieu : TDF 2006 : 17<sup>ème</sup> étape à MORZINE  
Date : 20/07/2006

**Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :**

Date : 20/07/2006  
Type de matériel : Berlinger  
Nombre d'échantillon(s) : 1 ( sur 3 échantillons reçus)  
Référence de(s) l'échantillon(s) : 178/07\_995474 B

*Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA / Réglementation nationale – contrôle en Compétition)*

Date de début des analyses : 03/08/2006

**Méthodes utilisées** : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GC/MS (EC24D) et  
Spectrométrie de masse de rapport isotopique GC/C/IRMS (EC31)

**Conclusions** : (pH = 5.2      d = 1.025 +/- 0.002)

**T/E estimé à 11.0** (variation maximale admissible = 30%)

Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.7 ng/mL  
(Variation maximale admissible = 20 %)

Concentration d'Épitéstostérone estimée après correction par la densité à 4.2 ng/mL  
(Variation maximale admissible = 30 %)

**Rapport supérieur au seuil de 4**

\* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1 / 2

13

**RAPPORT DE CONTRE ANALYSE (SUITE)**

**Conclusions (Suite) :**

**L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.**

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 6.4 ‰ et 3.5 ‰, respectivement pour les métabolites 5 $\alpha$ -Androstanediol et Androstérone.

**Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA :**

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)

J. de CEALARRIZ  
Directeur



**Destinataires :**

- Union Cycliste Internationale – C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)
- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique – 75700 PARIS)

**Pour information :**

- J. SOUBLIERE : WADA (fax n°00.1.514.904.18.00)
- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète – 33700 MERIGNAC)

\* Hors portée de l'accréditation COFRAC

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

USADA 0367

B-sample analysis 995474

Fifth of August 2006

Chatenay-Malabry

Statement no. 1

As an expert Dr. Dauwe de Boer has been witnessing in the period between August 3 and August 5, 2006, the B-sample analysis in the LNDD, the WADA- accredited anti-doping laboratory in Chatenay-Malabry.

Statement no. 2

The impression of the expert regarding the analytical performance of the B-sample analysis was that the LNDD worked in a transparent and professional way and according to transparent and professional procedures.

Statement no. 3

In respect to the semi-quantitation of the ratio between testosterone and epitestosterone (T/E ratio) as well as of the concentration of testosterone and epitestosterone it must be stated the following:

- A) A ratio was established between two peaks in the chromatogram.
- B) The identity of the compound(s) belonging to the peaks has not been established according to the minimal WADA requirements.

Therefore, any official conclusion regarding to the T/E ratio as well as of the concentration of testosterone and epitestosterone is and will be premature. As such any official conclusion in relation to the above mentioned parameters of the respective sample is non-conclusive.

Statement no. 4

In respect to the GC/C/IRMS analysis it must be stated the following:

- A) During the B-sample analysis it was not possible to see documentation and data regarding the uncertainty of the GC/C/IRMS analysis, which was reported to be 0.8%.
- B) During the B-sample analysis it was not possible to see documentation and data regarding the historical data of blank urine pool no. 4.

Therefore, it was for the expert not possible to give an adequate evaluation of GC/C/IRMS analysis of the respective sample. The above mentioned issues have been implemented into a list of requests addressed to Prof. de Ceaurriz.

Dr Douwe de Boer



**List of the requests from Dr. Douwe de Boer**  
**Counter-analysis on "B" 995474**

- **The GC/C/IRMS has been accredited by the WADA and the French National Accreditation body.**

**Would it be possible to see the documentation regarding this accreditation?**

**If so, I would appreciate to see the documentation regarding the accreditation.**

- **In principal a WADA accredited laboratory is participating in proficiency programs.**

**Would it be possible to see data of the Châtenay-Malabry laboratory?**

**If so, I would appreciate to see the data regarding the GC/C/IRMS analysis.**

- **The certificate of the analysis of the A-sample mentions an "uncertainty" of 0,8‰ for the GC/C/IRMS result.**

**Would it be possible to see documentation and data of how this value of "uncertainty" was established?**

**If so, I would appreciate to see documents and data regarding the establishment of the value of 0,8‰.**

- **Historical data regarding the blank urine pool no.4, which has been used in the GC/C/IRMS procedure.**

**Would it be possible to see documentation and data regarding the history of blank urine pool no.4.**

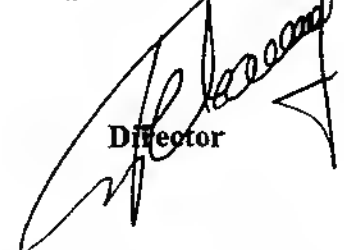
**If so, I would appreciate to see the repeatability (intra-day variation) and the reproducibility (inter-day variation), meaning the average value, the standard deviation and the number of observations made.**

**Dr. Douwe de Boer**



**Expert**

**Pr. De Ceaurriz**



**Director**