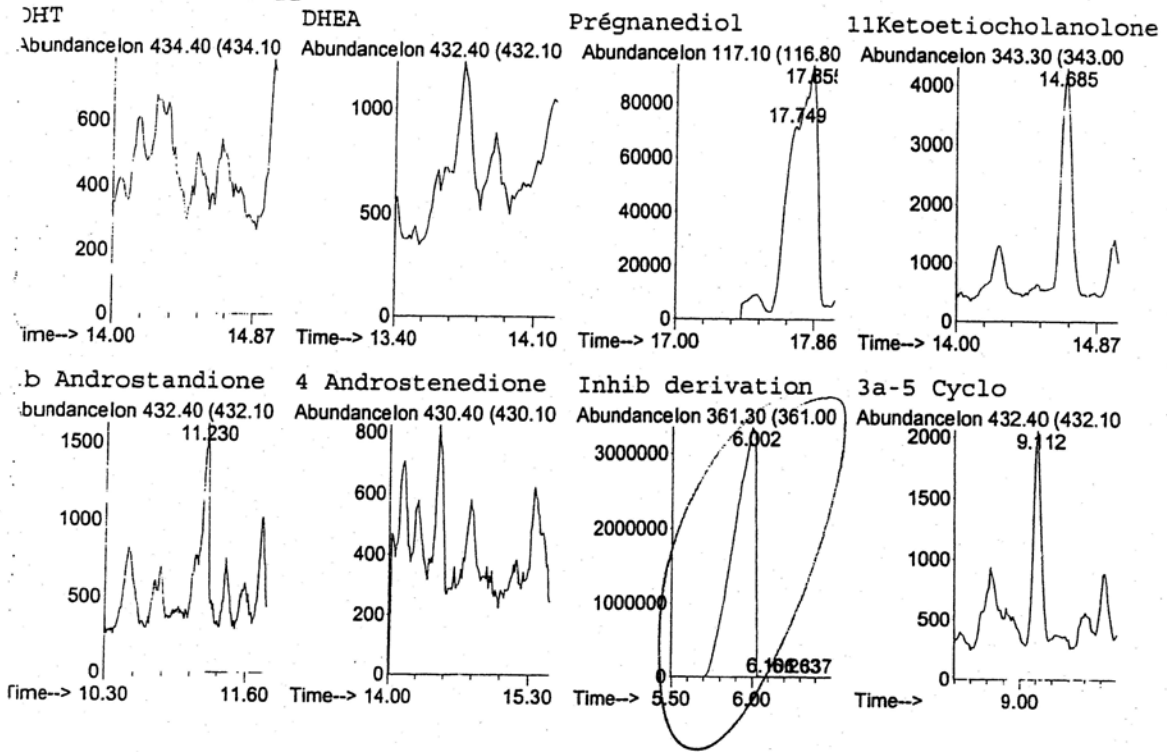


File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21h08.D\da  
 Operator: m37p35  
 Date Acquired: 21 Jul 06 7:36 pm  
 Instrument: GC MSD  
 Method File: MAN06B\_B.M  
 Sample Name: 178/07\_995474 H  
 Misc Info:  
 Vial Number : 11



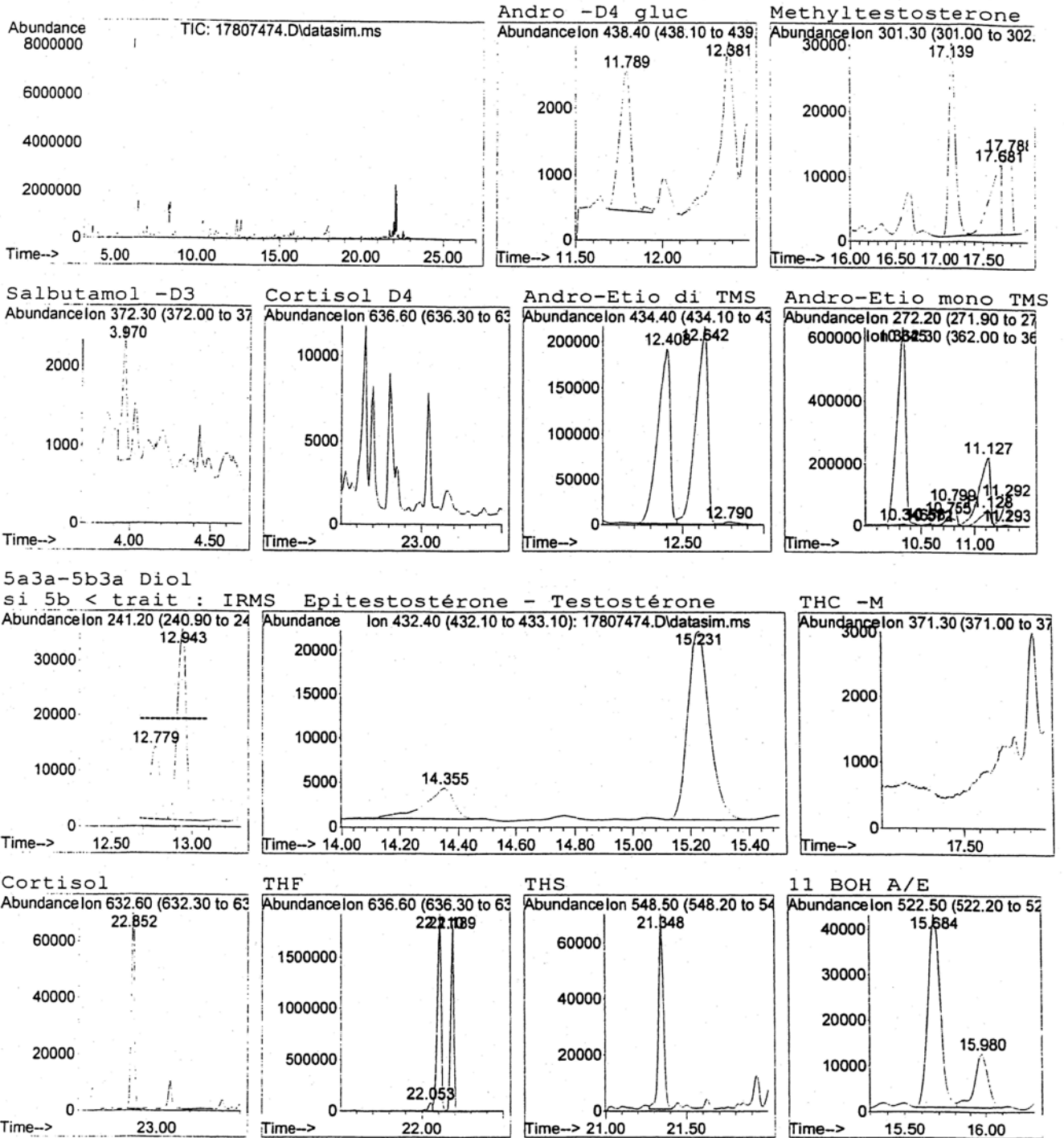
Data File Path D:\msd19\jull07\2507\  
 Data File Name 17807474.D  
 Operator M45P35  
 Acq. Method File MAN06B\_B.M  
 Sample Name 178/07 995474 H  
 Misc Info  
 Vial Number 2  
 Instrument Name MSD 19  
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes  
 Last Calibration Update Tue Jul 25 15:15:32 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

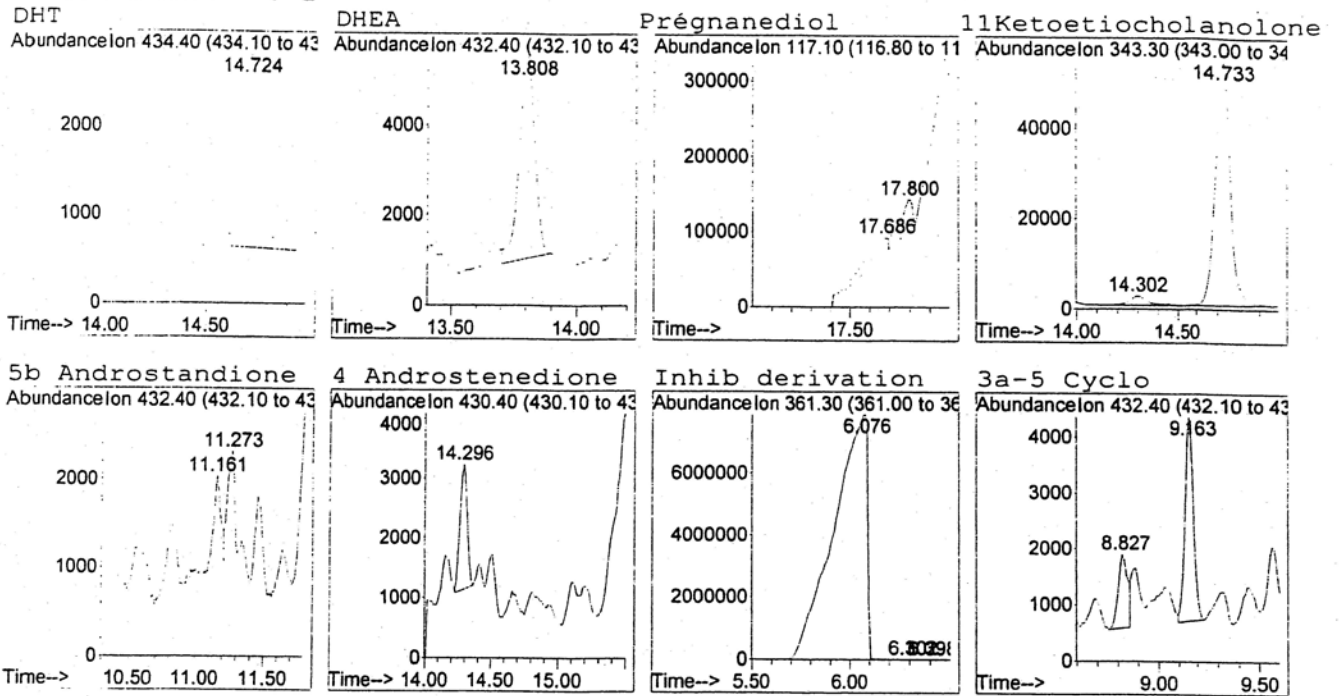
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.14	301.3	Methyltestosterone	1,731,969	100	ng/ml
2)		12.38	438.4	Andro -D4 gluc	104,768	170	ng/ml
3)		0.00	372.3	Salbutamol -D3	0	0	ng/ml
4)		12.41	434.4	Androsterone	9,973,015	1658	ng/ml
5)		12.64	434.4	Etiocholanolone	11,119,071	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 Etiocholanolone	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 Ketoetiocholanolone	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
Etiocholanolone		1,639	Concentration > 10000
DHEA		20.6	Concentration > 200
DHT		0.0	Concentration > 20
Andro / Etio	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



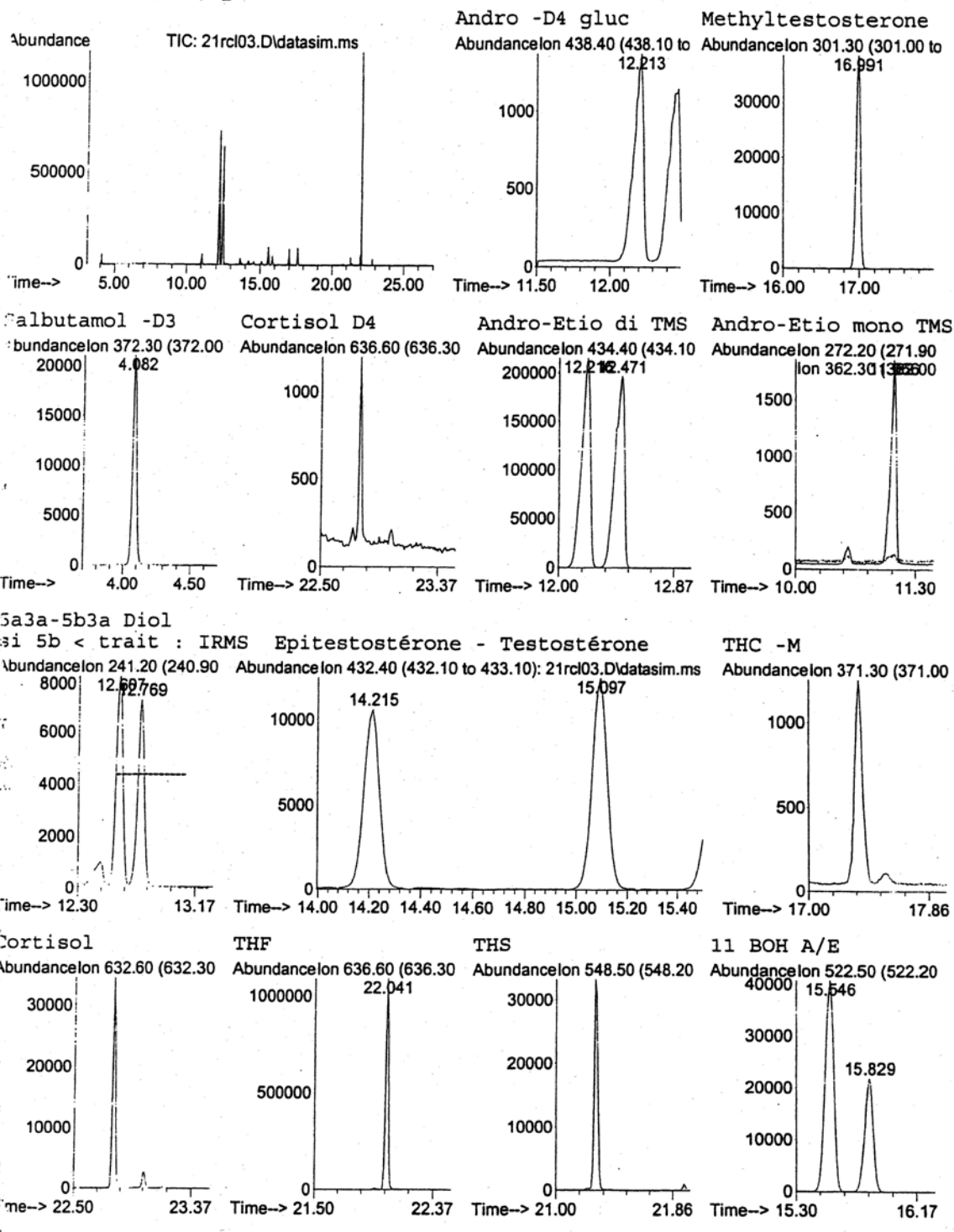
Data File Path C:\MSD18\JUILLET06\2107  
 Data File Name 21rc103.D  
 Operator  
 Acq. Method File MAN06B\_B.M  
 Sample Name 2107 rcl 028 2007 H1  
 Misc Info  
 Vial Number 1  
 Instrument Name GC MSD  
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes  
 Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006  
 Fichier recal utilise 21rc103.D

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

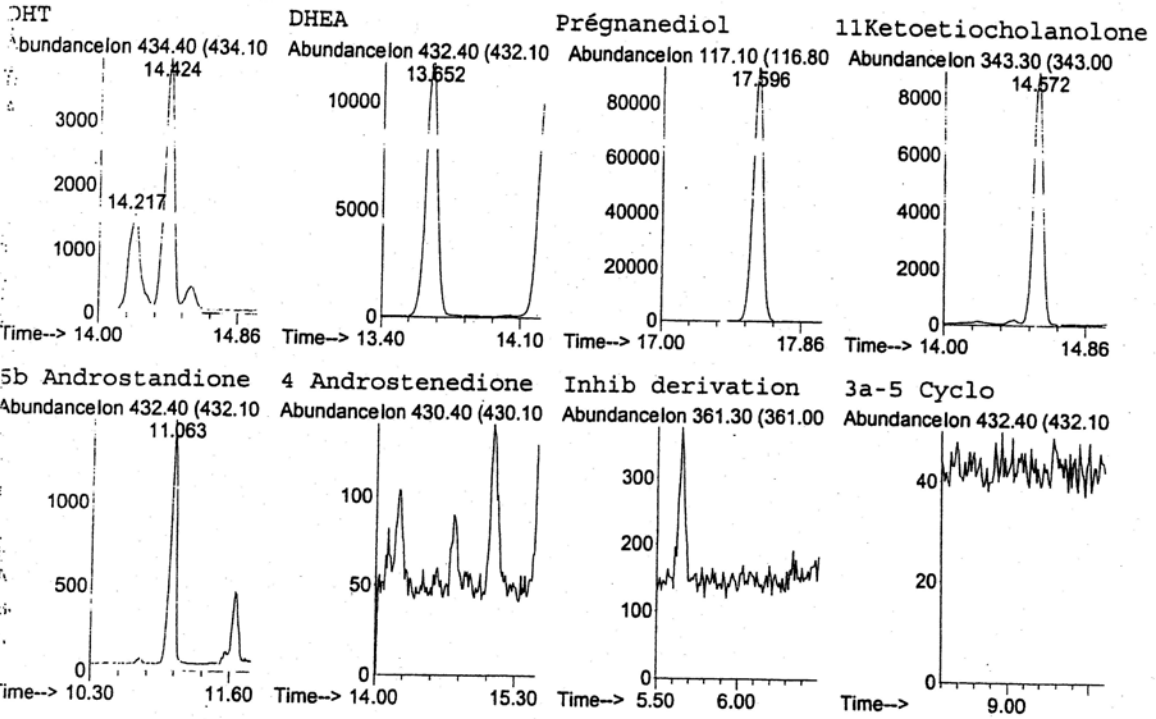
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	16.99	301.3	Methyltestosterone	1,587,292	200	ng/ml
2)		12.21	438.4	Andro -D4 gluc	62,992	125	ng/ml
3)		4.08	372.3	Salbutamol -D3	472,321	100	ng/ml
4)		12.22	434.4	Androsterone	9,682,254	2000	ng/ml
5)		12.47	434.4	Etiocholanolone	9,908,352	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
5a3a / 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\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



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	X	
	Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%	X	
	Repeller < 35	X	
Polaris	Ion time > 2 ms		

Observations :

**2 - Etanchéité du système**

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

Observations :

**3 - Sensibilité**

		Oui	Non
Screening	Recal / Mix conforme	X	
Conf	TP conforme - Fichier :		
	TP conforme - Fichier :		
	TP conforme - Fichier :		
	TP conforme - Fichier :		

conforme avec  
EA 96.

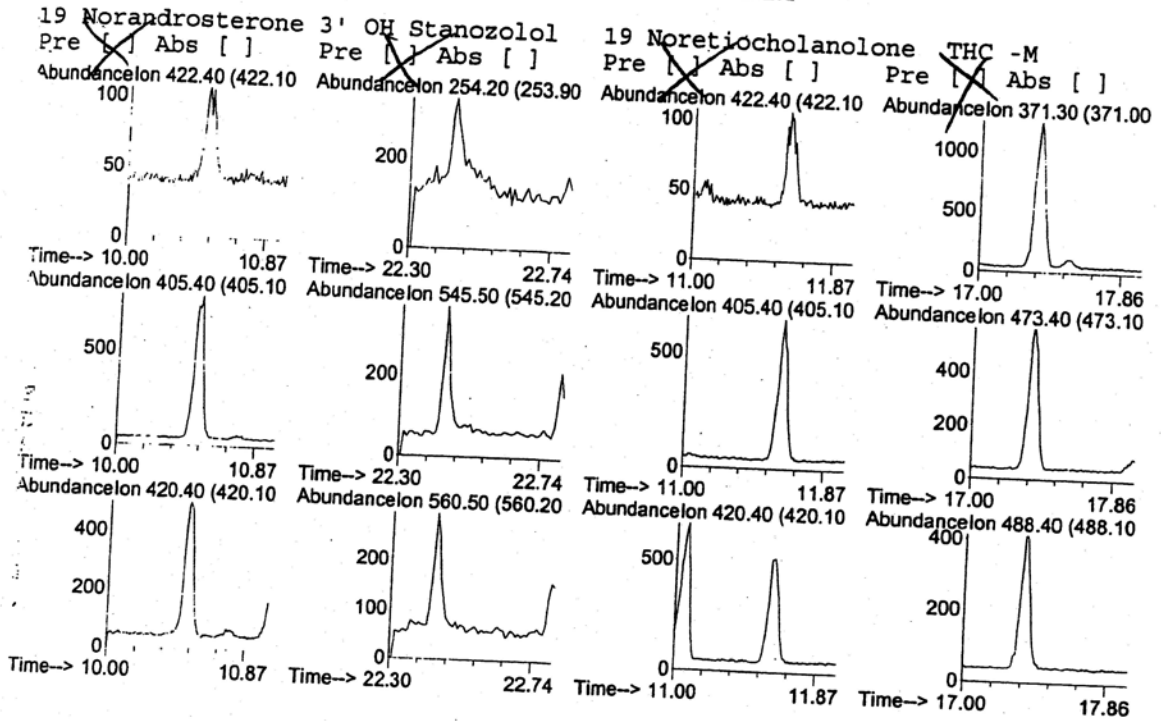
Observations :

Code opérateur et paraphe : 37 *opolatola*

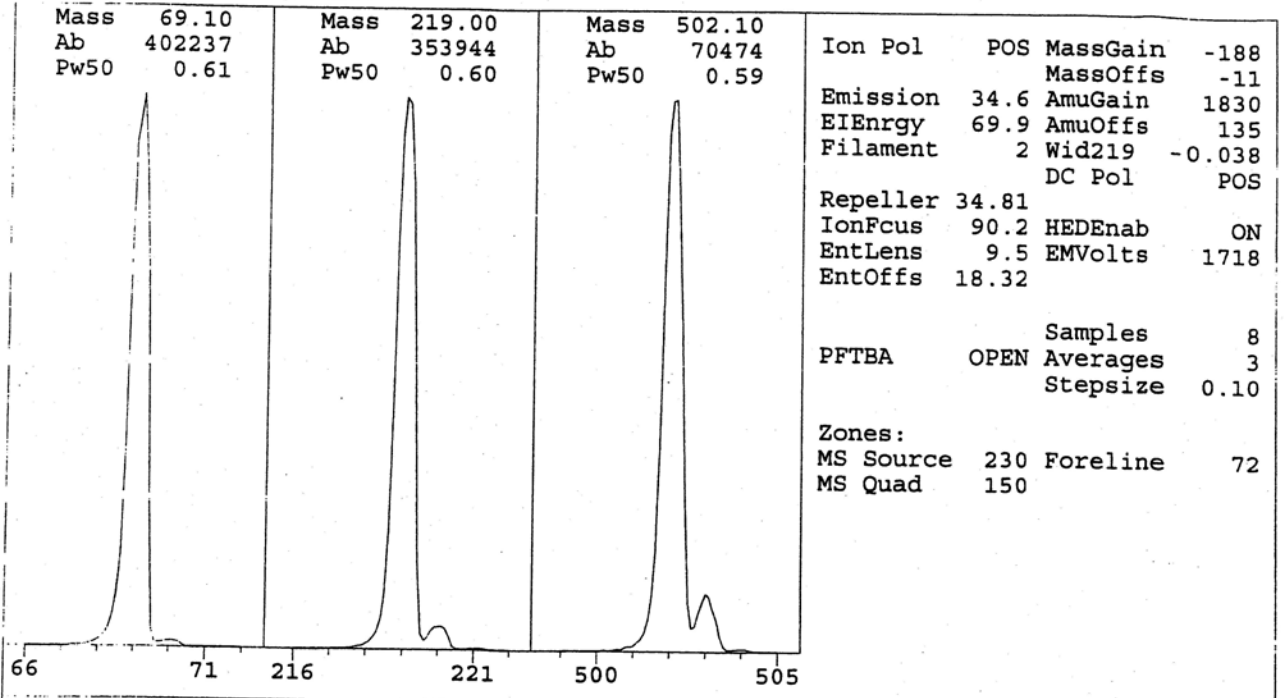
*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil*



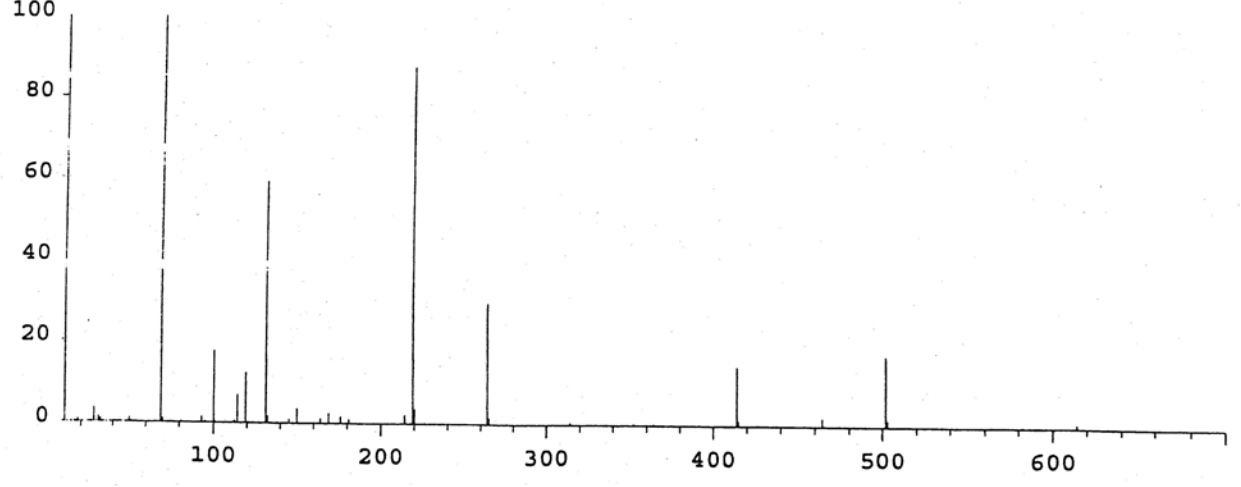
VERIFICATION DU RECAL ANABOLISANT



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



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%

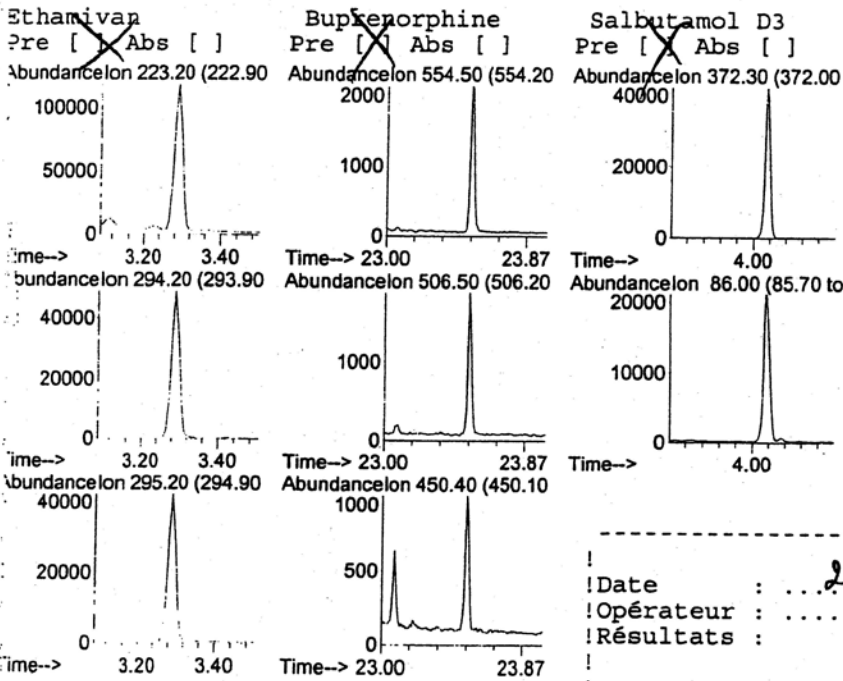
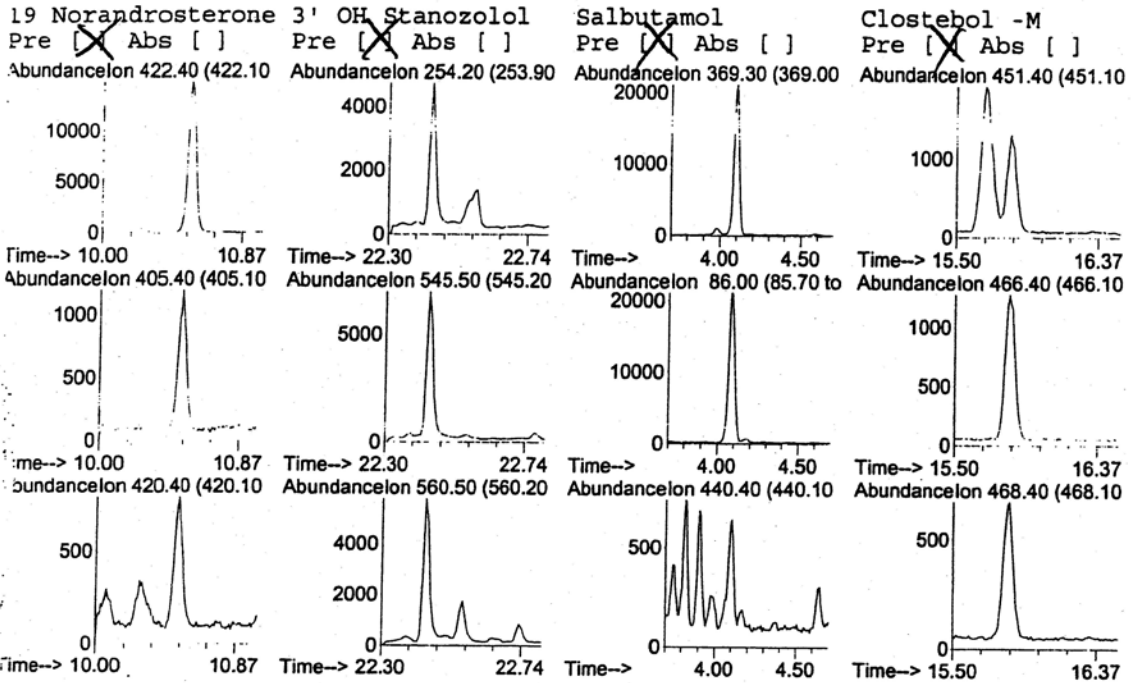
Column Flow: Front: 1.324 Back: 0 ml/min. Interface Temp: 300

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

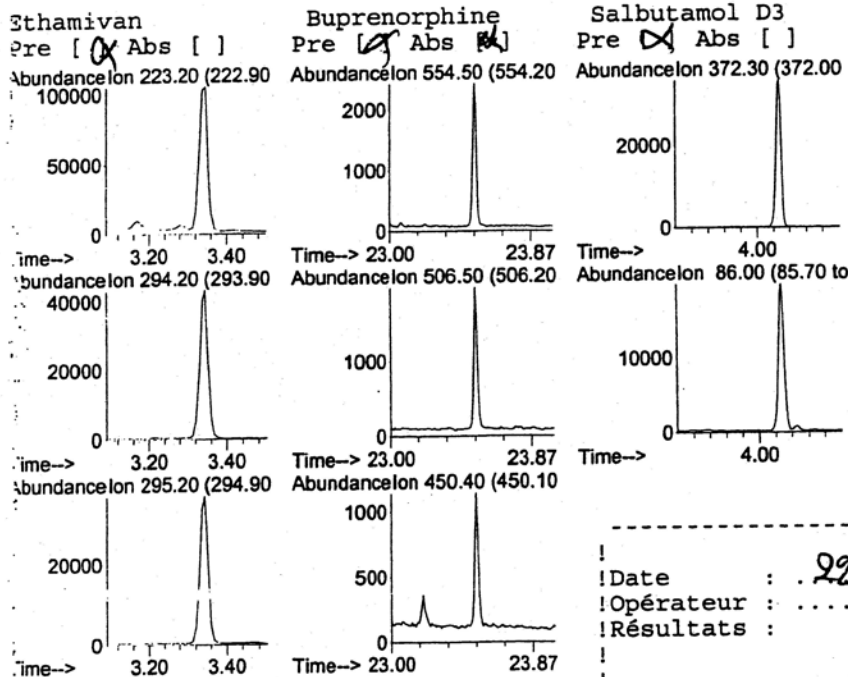
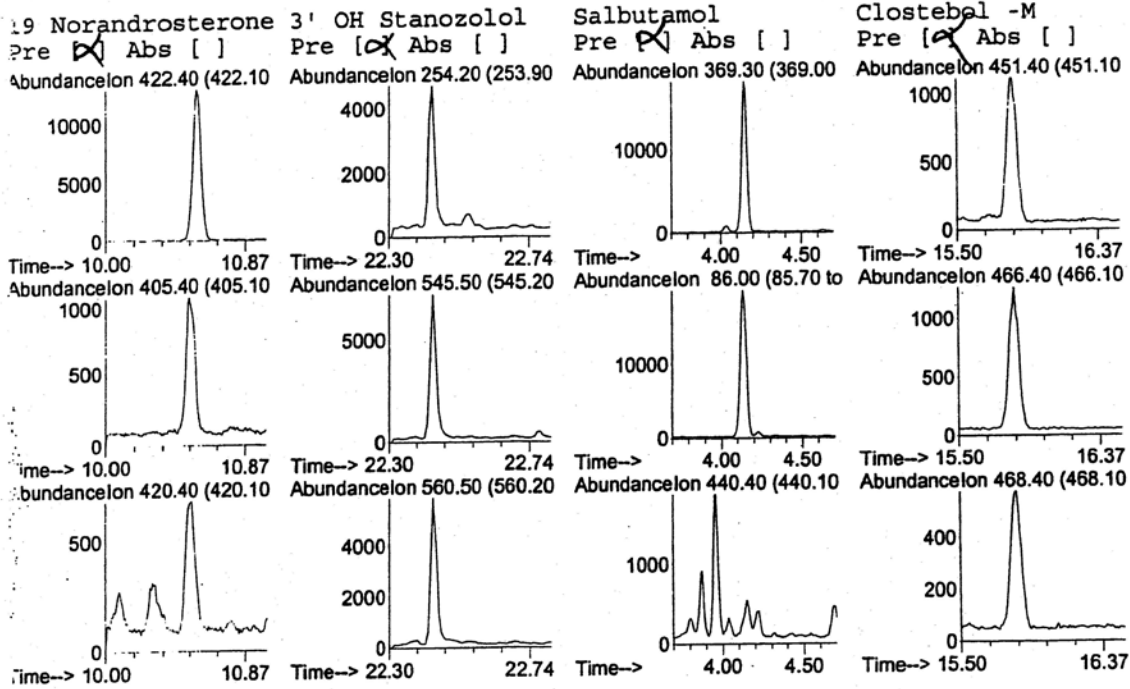
TARGET MASS:	50	69	131	219	414	502	800
Amu Offset:	135.0	135.0	135.0	135.0	135.0	135.0	135.0
Entrance Lens Offset:	18.3	18.3	18.3	18.3	18.3	18.3	18.3

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  
 Opérateur : [Signature]  
 Résultats :  
 Conforme   
 Non conforme [ ]  
 Remarques : OK E

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: 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	21rcl03				
			Tolérance basse	Tolérance haute	Tolérance basse	Tolérance haute
tr	14,300 min	14,220 min	14,149 min	14,291 min	min	min
tr SI	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
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT DEPISTAGE RAPIDE CG/SM, CG/TSD ET CL/SM		

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 : 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)
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)
Etiléfrine	EC09C	I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Etiléfrine	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)
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

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 ( $\alpha$ et $\beta$ 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)
$\beta$ -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	Immunodétection
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

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

**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

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : <b>M-EX-04B</b> Version : <b>E</b> 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**

17aMethyltestosterone  
(SI3-) à 4mg/L

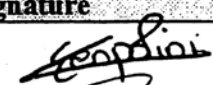


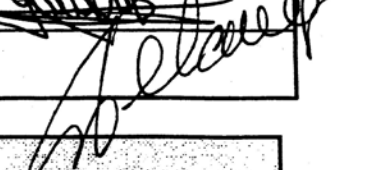
<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : <b>M-EX-04B</b> Version : <b>E</b> Date : 01/12/2005 2 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

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 H <sub>2</sub> (cf M-P-03B)
Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A	Vial plastique	

**CONFIDENTIEL**

**SPECIMEN**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : <b>M-EX-04B</b> Version : <b>E</b> 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	Aurélien 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 : <b>I-EX-11</b> Version : <b>A</b> 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-butyle méthyle <sup>ether</sup> oxyde (TBME)

Voie D : Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v)

*ether 14 6/10/05*

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.

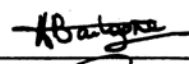
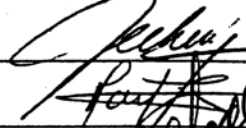
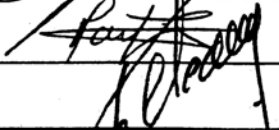
Lancer l'extraction selon I-N-35.

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 : 19814 99544 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 : 14h30

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

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

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: Nethyltesto	ST3066	longue		50									100					
Epitestosterone	H7032	longue	4										2					
"	H7032	longue		10										5				
"	H7033	longue			6										30			
"	H7032	longue				12										60		
Testosterone	H10034	longue	4											2				
"	H10034	longue			6										30			
"	H10035	longue				3,6										180		
"	H10034	longue					7,2										360	

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	230706	15h00	15h20	Ether, Réfrig	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 : 220806 Etuve n° : 5	RE
Extraction	230706	17h25	240706 9h10	Dlu NH4OH : Pb Gilson → aiguille RT n° : totale → ecu TP & REF Gilson n° : non pelées → RE extract = 6.240706	RE
Stockage				Lieu :	9h15-9h14
Evaporation	240706	9h55	10h25	Bain à sec n° : 07	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

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 17:15:54 2006

Page:1

USADA 0085

7

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