

SECTION 2

TECHNICAL PART

USADA 0258

SECTION 2.1

Analysis for confirmation of T/E ratio

FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES

N° de laboratoire :	178 107	N° échantillon :	395 474
Produit(s) confirmé(s) :	Testostérone Epitestostérone		
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 : 45,7 ng/ml Epi : 4,2 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 : 04/08/06
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

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

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
Préparer les tubes en double

Extraire 2 mL avec 2 mL d'ether

Centrifuger

Récupérer et jeter la phase etherée

Evaporer à sec sur du ether des phases
amalgames à froid

Rassembler les phases amalgames de
blanc d'essai et les phases amalgames
de référence dans le flacon

Prise d'essai = 2 mL

Ajouter 50 µL 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

Azote

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

17aMethyltestosterone
(SI3-) à 4mg/L

SPECIMÉ

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

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

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

Nom	Nom de l'opérateur	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>

CHANGEMENTS

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

SPECIMEN

Echantillon : 178/07 395474 Mode opératoire d'extraction : M-EX-04B

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 : 3H12

Prise d'essai PE : 2 mL Heure de la PE : 11H05 Paraphe : *[Signature]*

	Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)	Vol eau ajouté (en mL)
Echantillon			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>methyltestosterone</i>	SI3-046.7	4 mg/L	50									100					
Testostérone	H10-035-2	1 mg/µl	4									2					
Epitestostérone	H7-032.1.1	1 mg/µl	4									2					
Testostérone	H10-034-1	10 mg/µl	6									30					
Epitestostérone	H7-033.1.1	1 mg/µl	10									5					
Testostérone	H10-035	100 mg/µl	36									180					
Epitestostérone	H7-032.2	10 mg/µl	6									30					
Testostérone	H10-034	100 mg/µl	7,2									360					
Epitestostérone	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	
Hydrolyse	03/08/06	13H10	14H10	Dlu enzyme : 01/09/06. Etuve n° : 5	<u>23</u>
Extraction	03/08/06	14H20	15H25	Dlu NH ₄ OH : RT n° : Gilson n° : 1	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 :	1
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\Aout06\0308\

Pre-Seq Cmd:

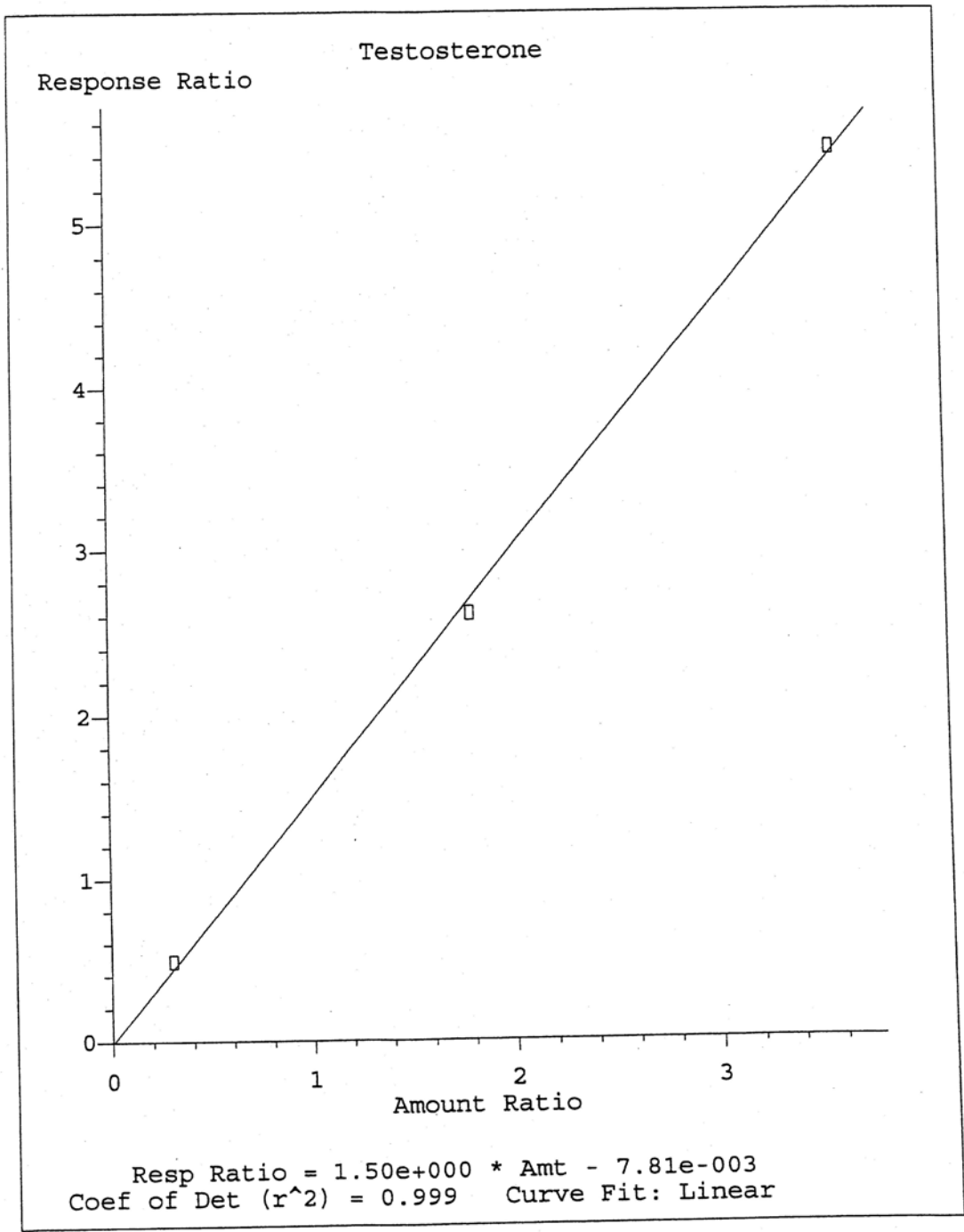
Post-Seq Cmd:

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

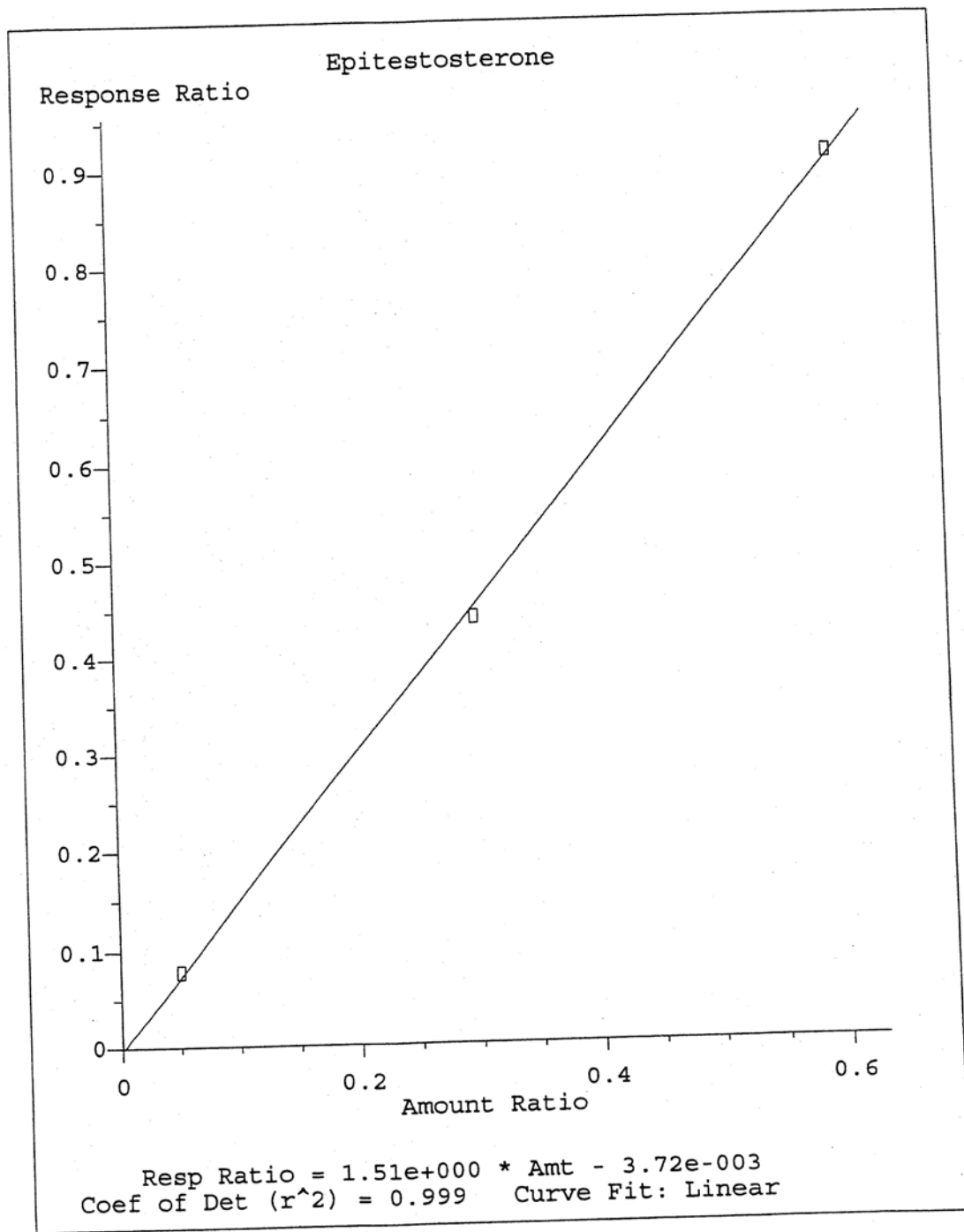
Line	Type	Vial	DataFile	Method	Sample Name
1	Sample	1	R1	MAN27	itms
2	Sample	2	TPTE	MAN27	TP TE 2
3	Sample	1	R2	MAN27	itms
4	Sample	3	BLUTE	MAN27	BLU TE
5	Sample	4	1780774A	MAN27	B 178/07 995474 TE
6	Sample	5	1780774B	MAN27	B 178/07 995474 TE
7	Sample	6	1780774C	MAN27	B 178/07 995474 TE
8	Sample	7	1780774S	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 :



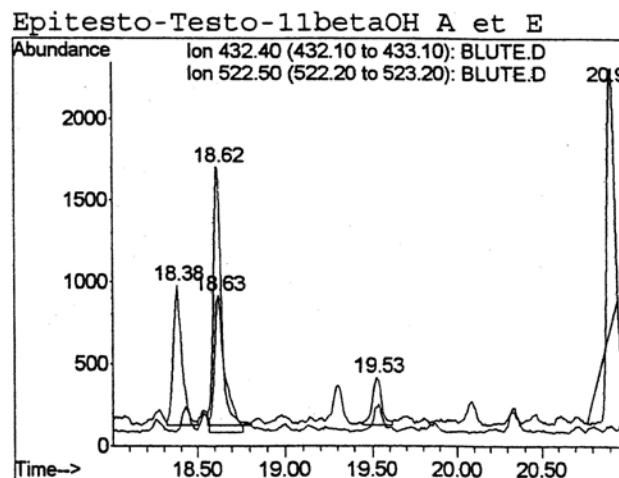
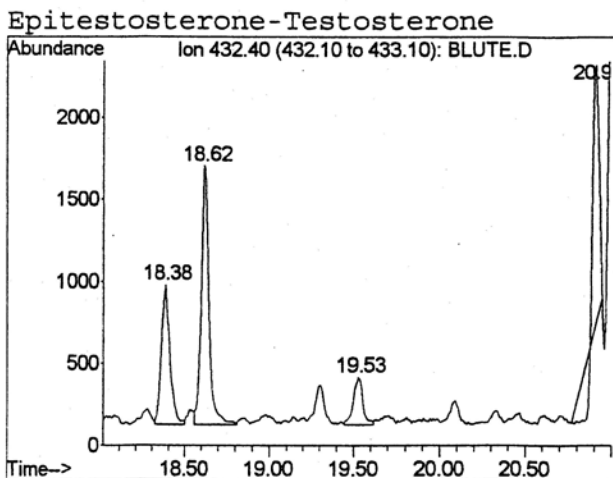
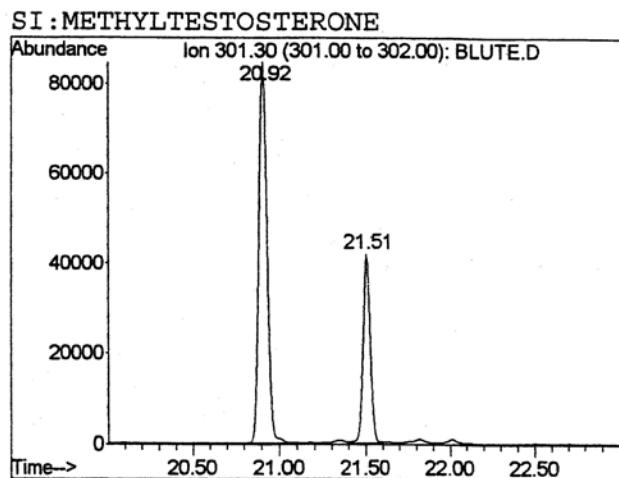
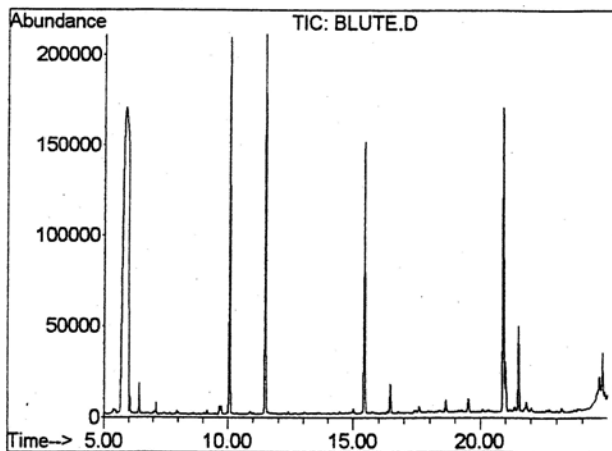
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006

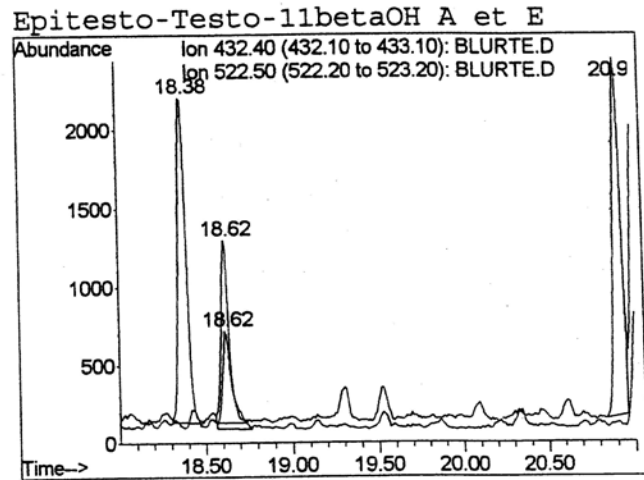
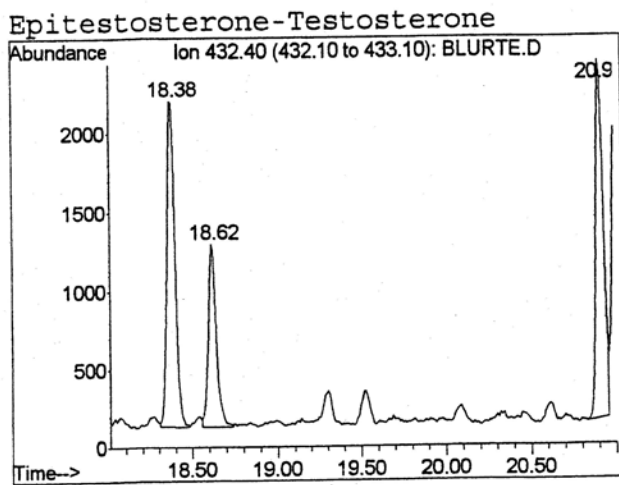
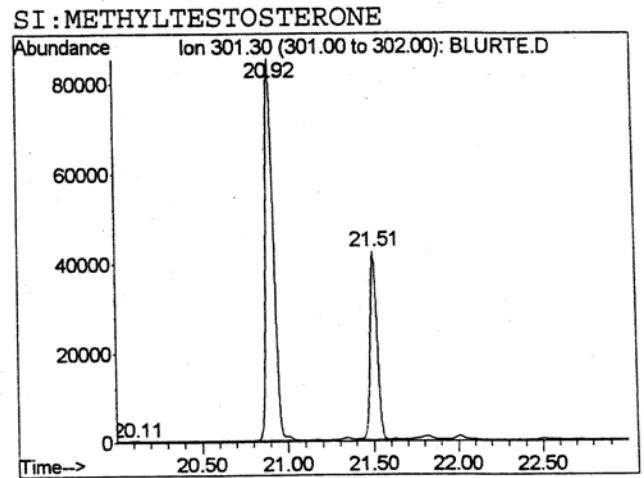
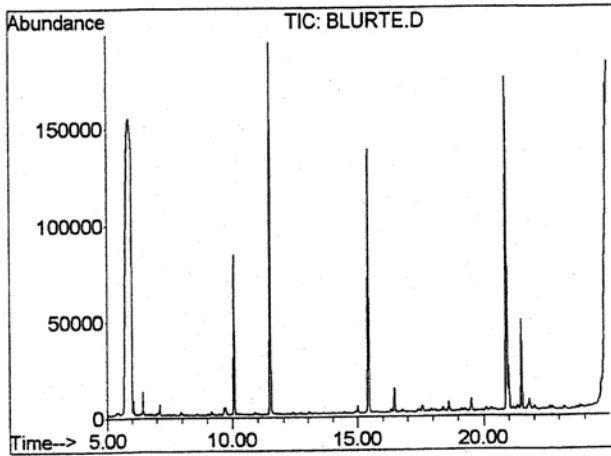
File: D:\Msd20\out06\0308\BLUTE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 18:12
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: BLU TE
Misc Info:
Vial Number : 3

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



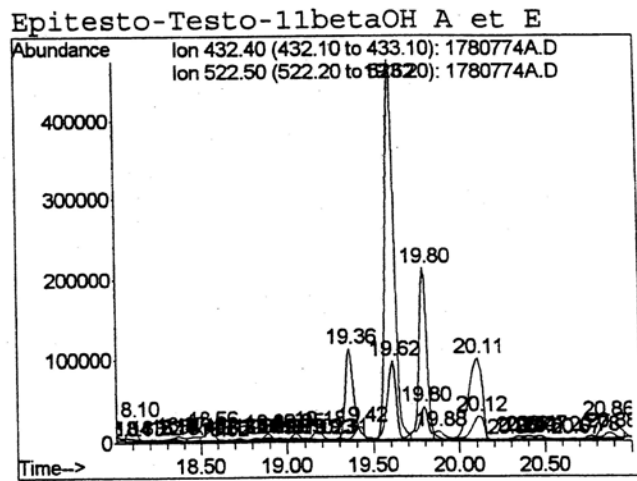
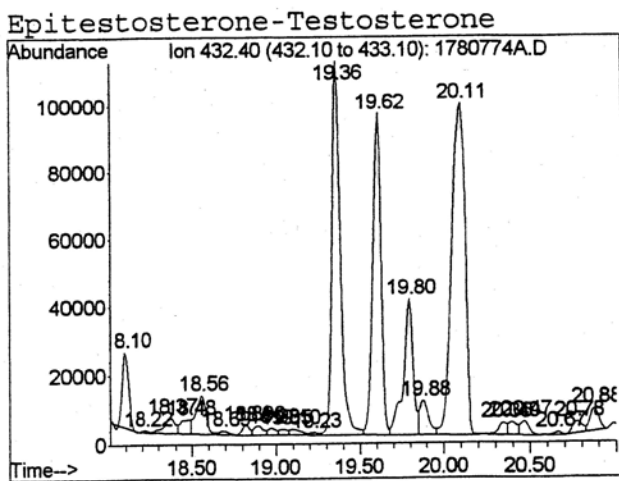
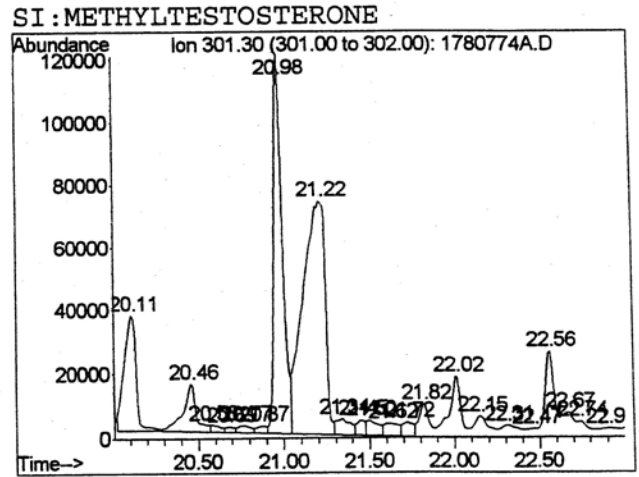
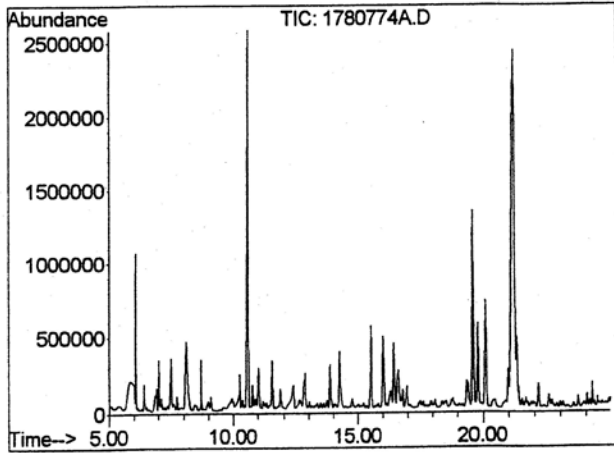
File: D:\Msd20\acout06\0308\BLURTE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 21:18
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: BLU TE
Misc Info:
Vial Number : 8

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

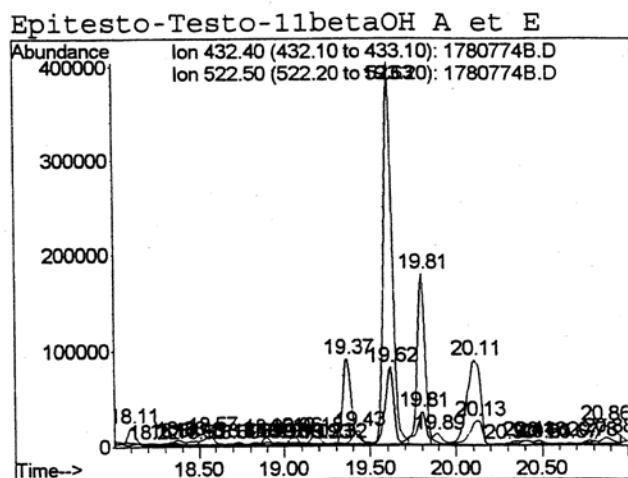
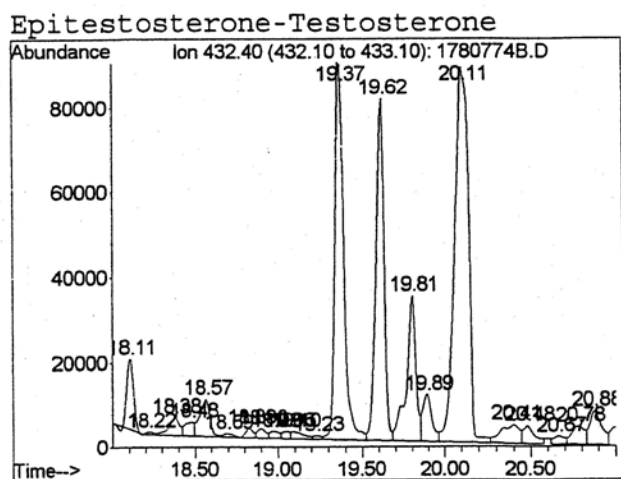
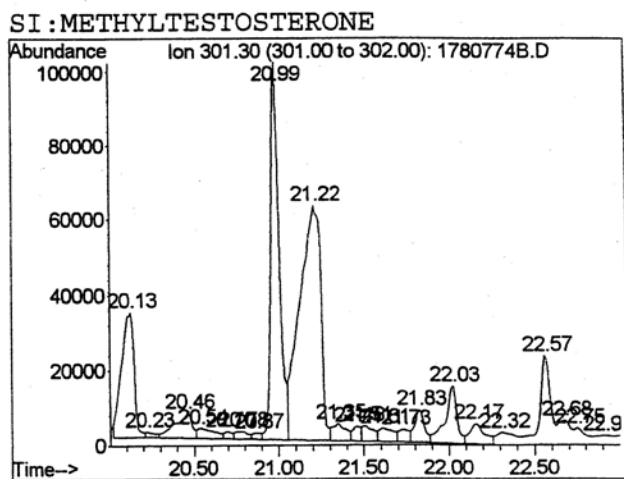
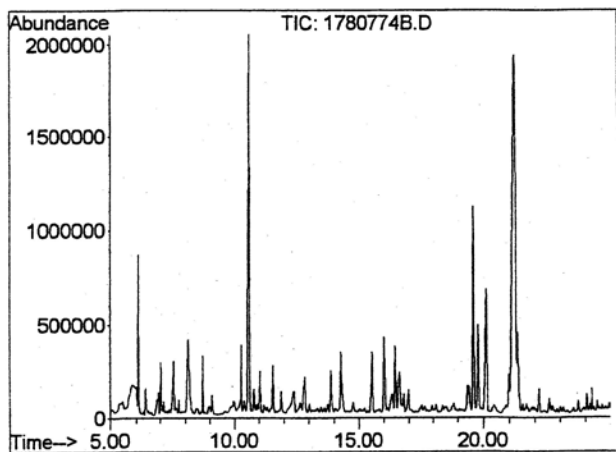
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	3356149	100.00	ng/mL
2)		18.57	432.4	Epitestosterone	279871	5.75	ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3079122	61.64	ng/mL

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

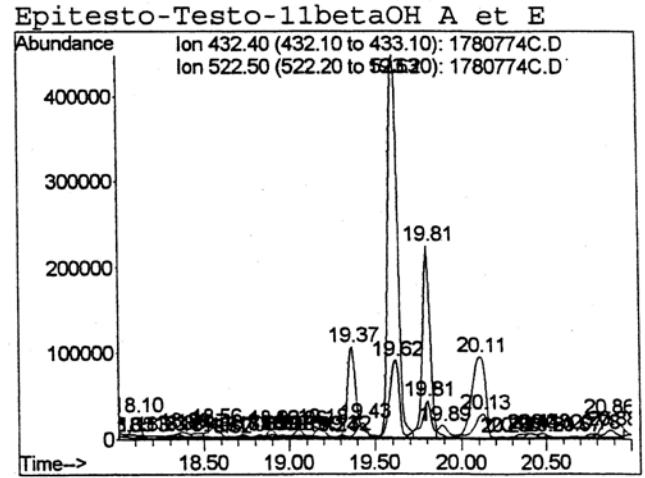
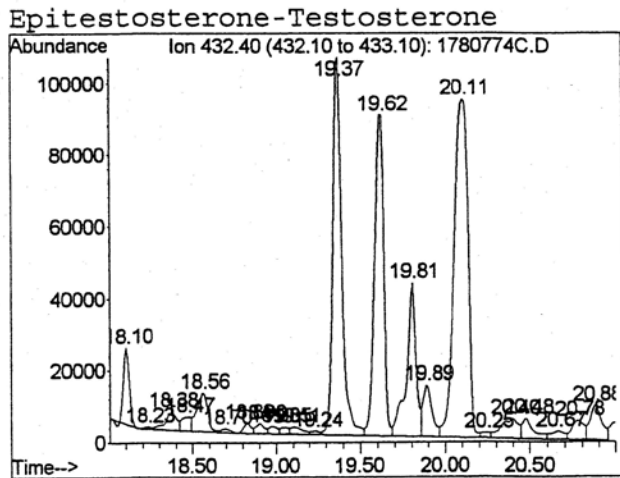
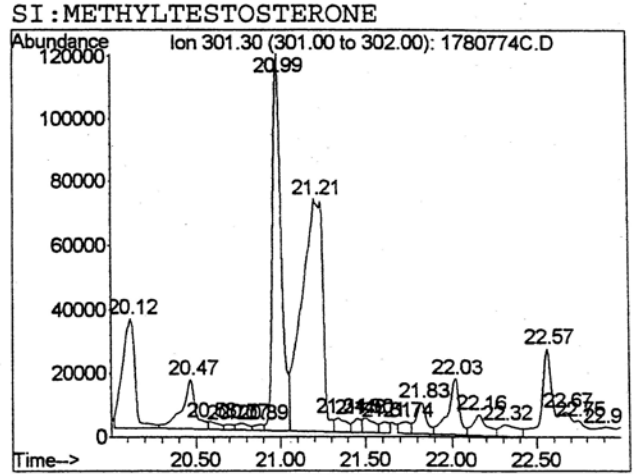
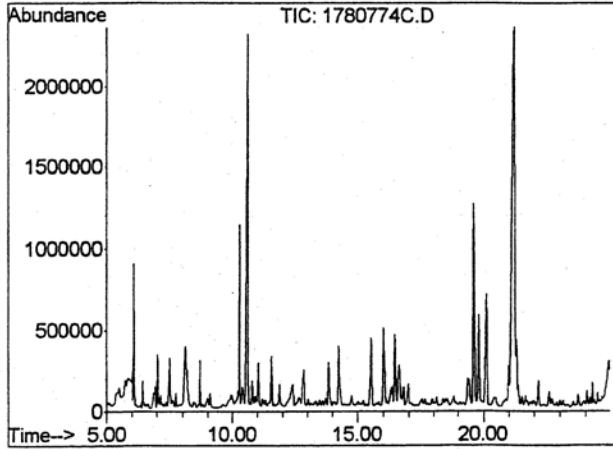
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	4098783	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	329392	5.55	ng/mL
3)	*	19.37	432.4	Testosterone	3670090	60.18	ng/mL

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\VAOUT06\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

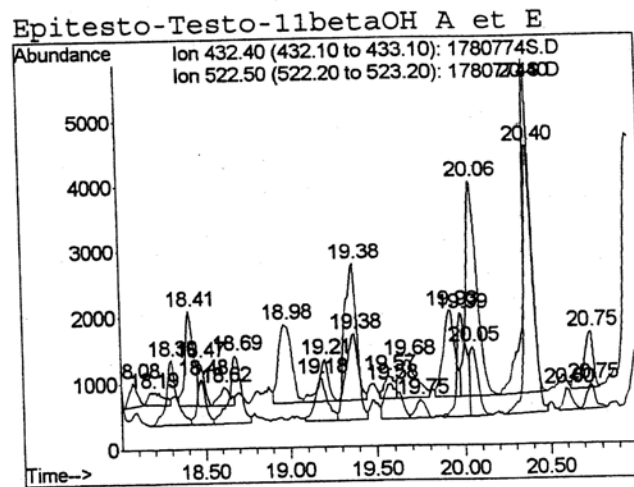
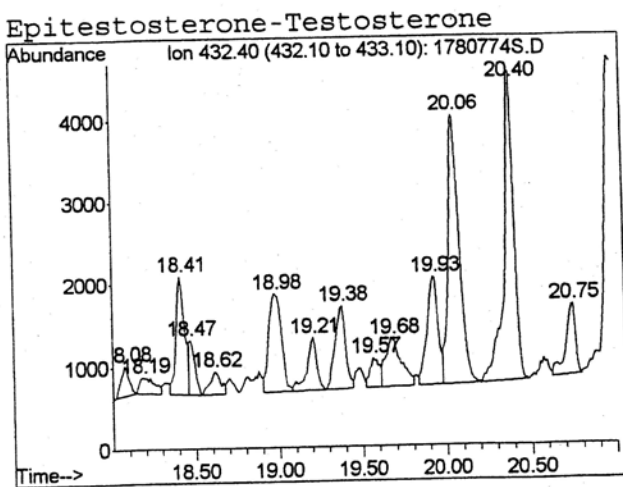
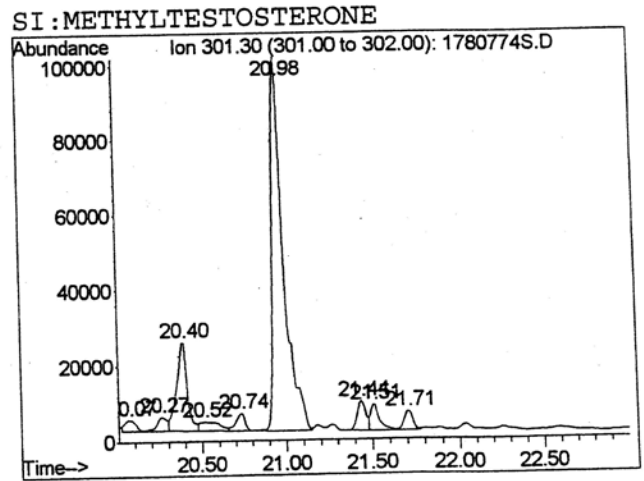
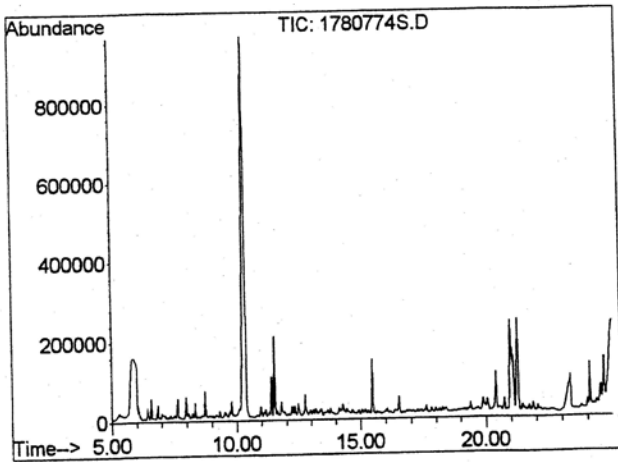
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.97	301.3	Methyltestosterone	3924981	100.00	ng/mL
2)		18.62	432.4	Epitestosterone	11645	0.44	ng/mL
3)	*	19.38	432.4	Testosterone	41499	1.22	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
3.6	2.8

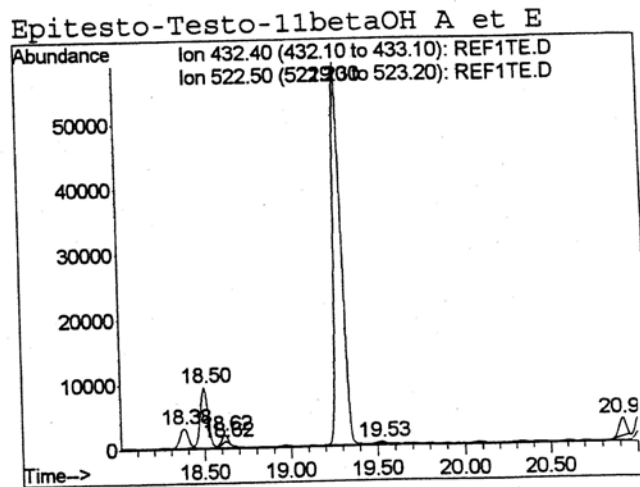
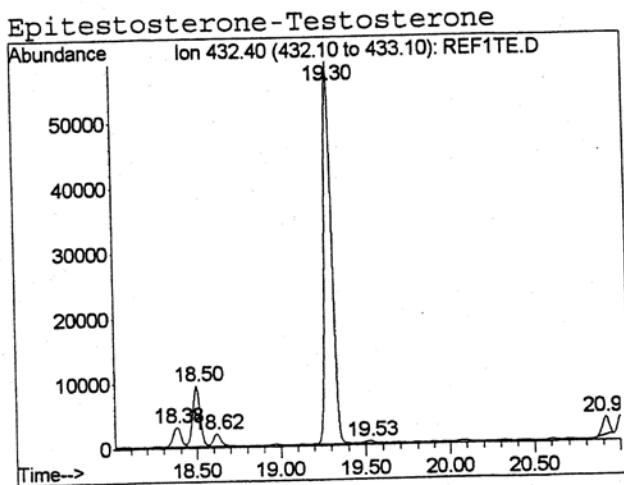
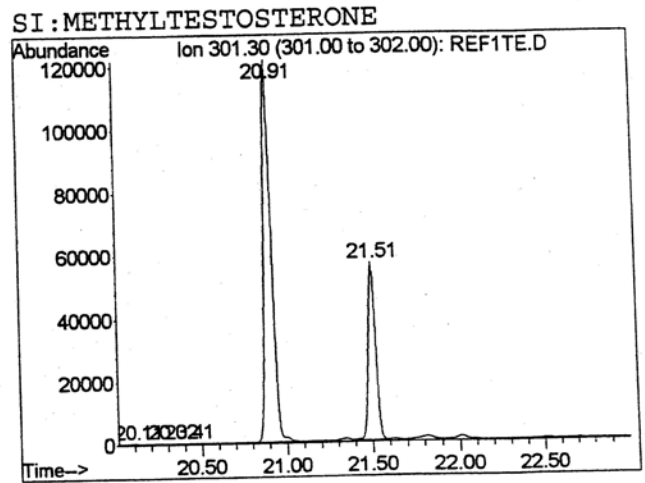
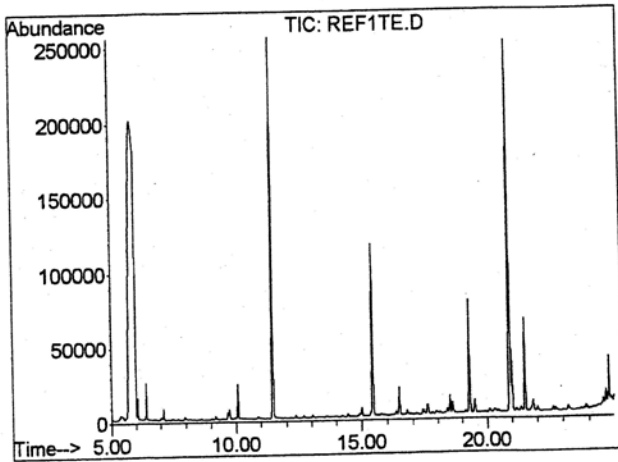
File: D:\Ms20\out06\0308\1780774S.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 20:16
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: B 178/07 995474 ssh TE
 Misc Info:
 Vial Number : 7

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



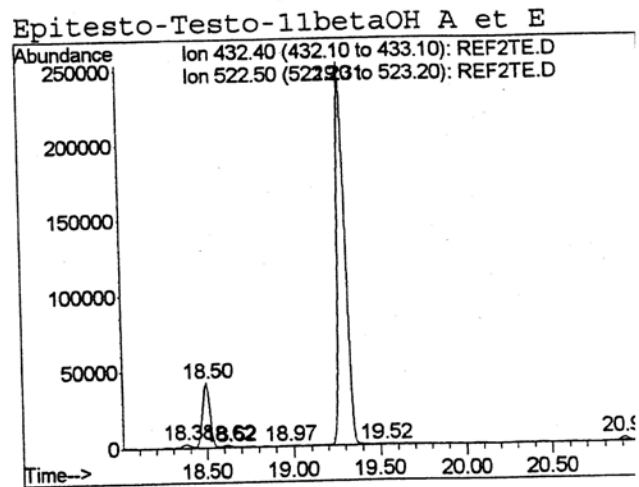
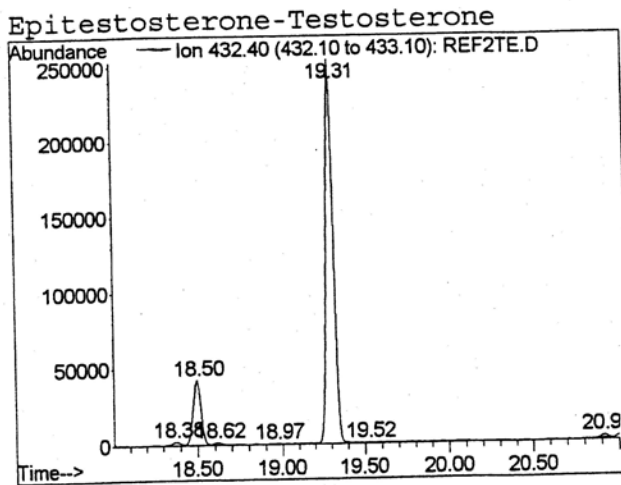
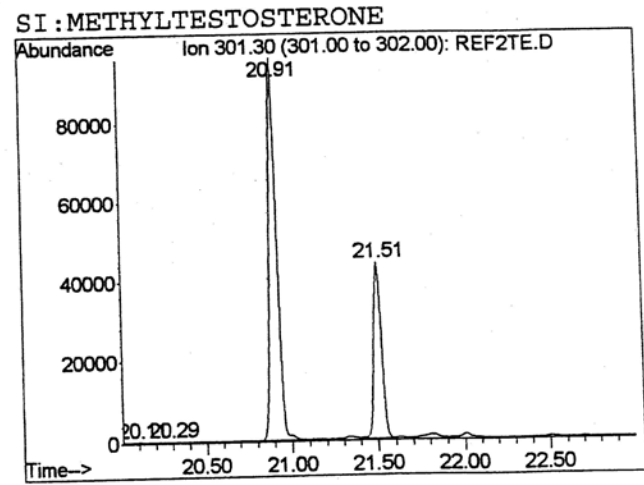
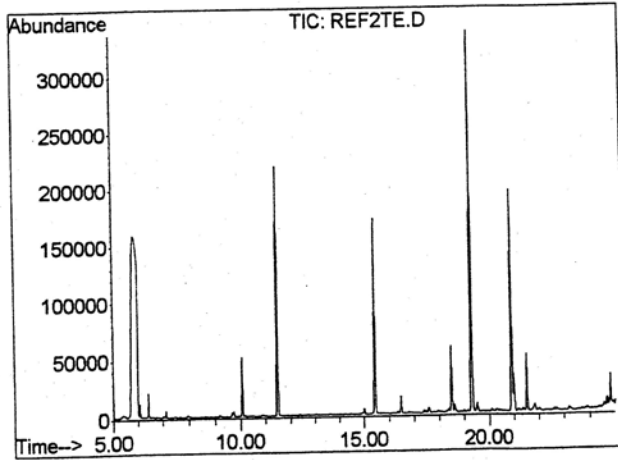
File: D:\Msd20\out06\0308\REF1TE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 21:49
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: BLU + T30 E5
Misc Info:
Vial Number : 9

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



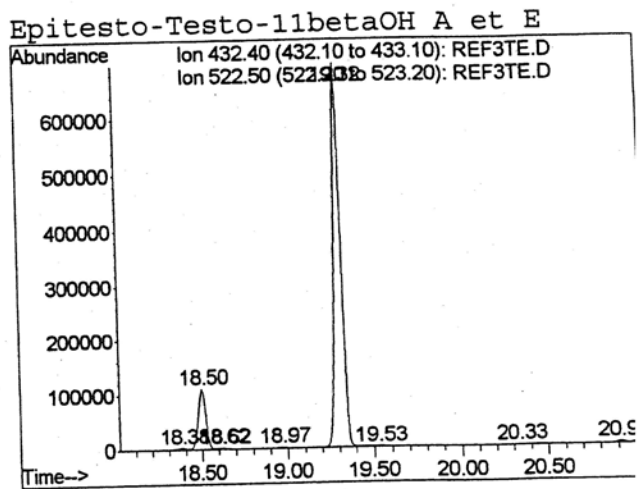
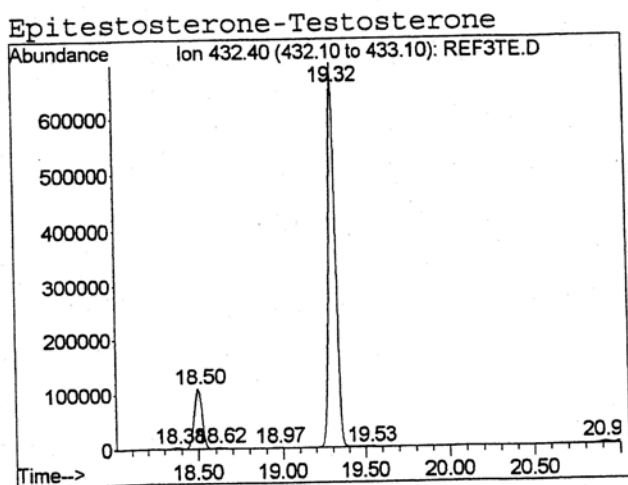
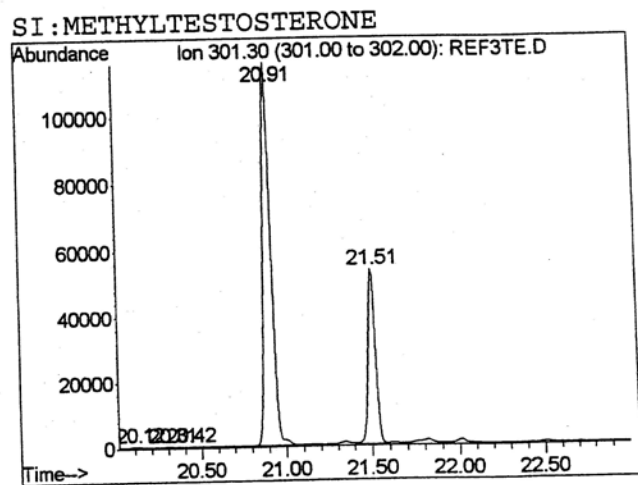
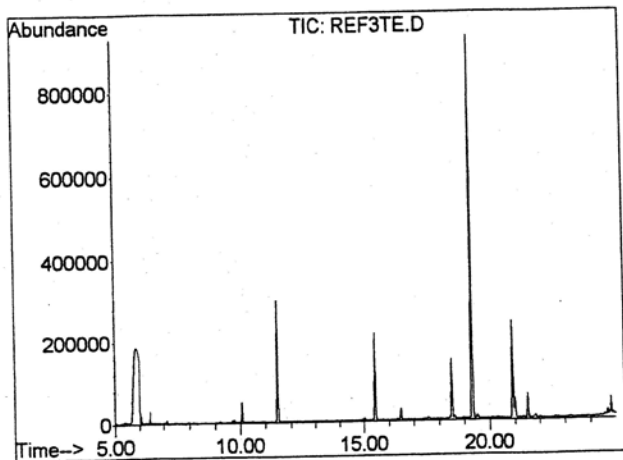
File: D:\Msd20\out06\0308\REF2TE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 22:20
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: BLU + T180 E30
Misc Info:
Vial Number : 10

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



File: D:\MsD20\Aout06\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 : 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	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 Testosterone	Concentration Epitestosterone	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'Epitestosterone : 30% pour la Testosterone : 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 Testosterone et Epitestosterone 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 Testosterone	45.7 ng/mL
Concentration corrigée d'Epitestosterone	4.2 ng/mL

PARAPHE

(Signature)

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
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (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 :

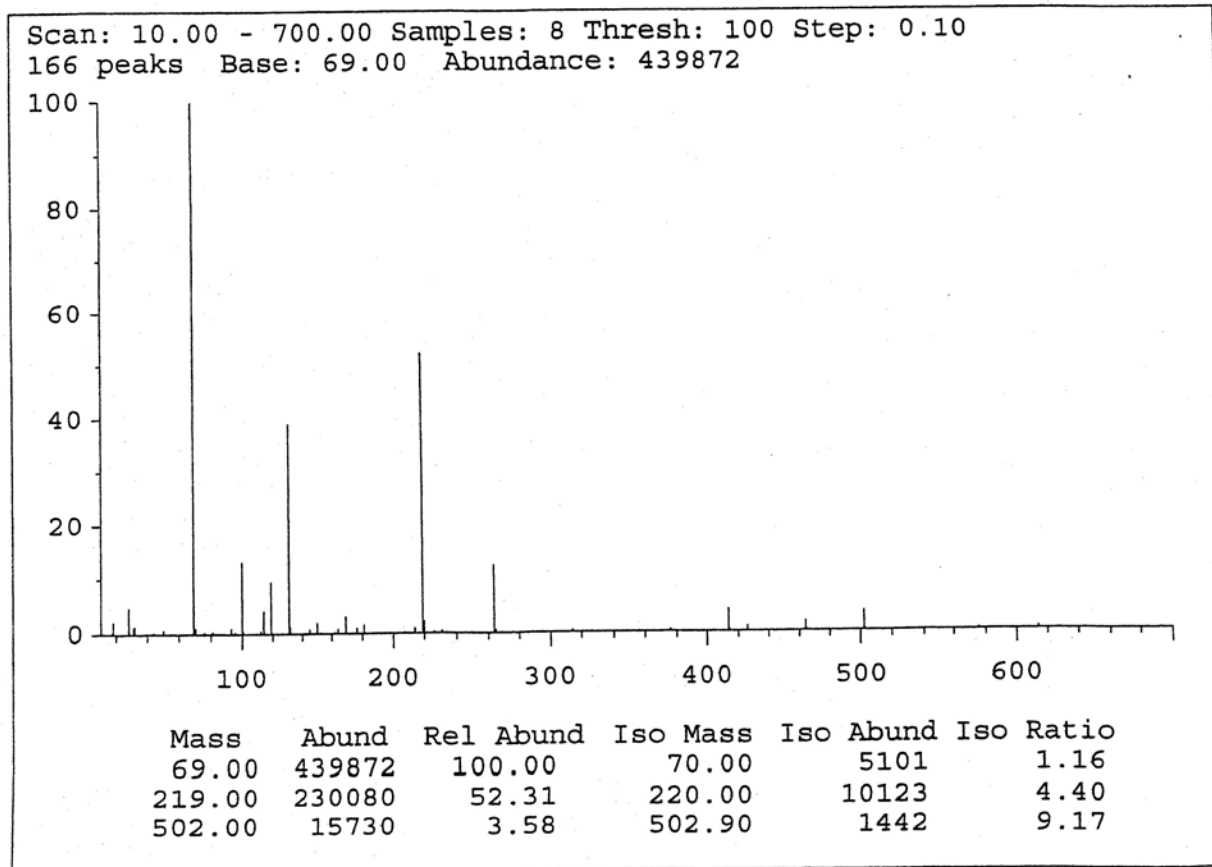
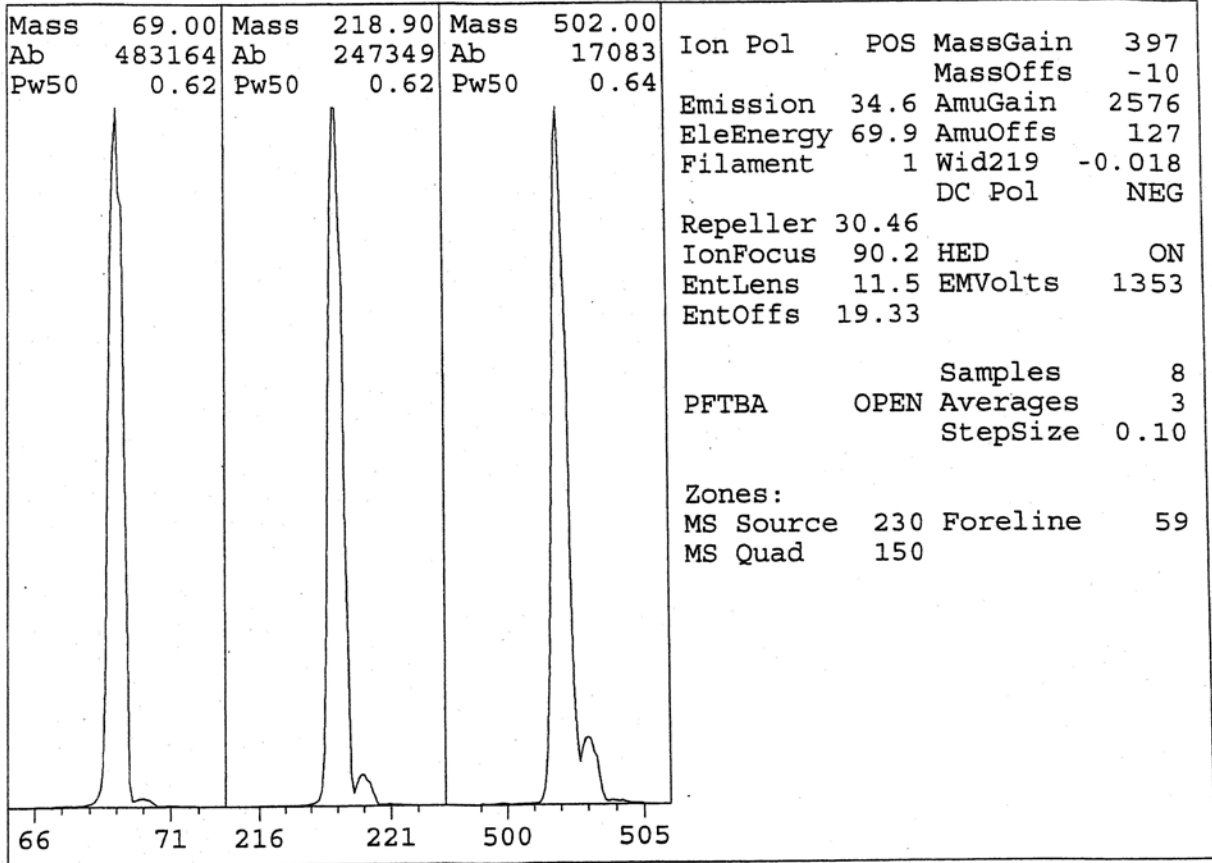
Code opérateur et paraphe :

(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



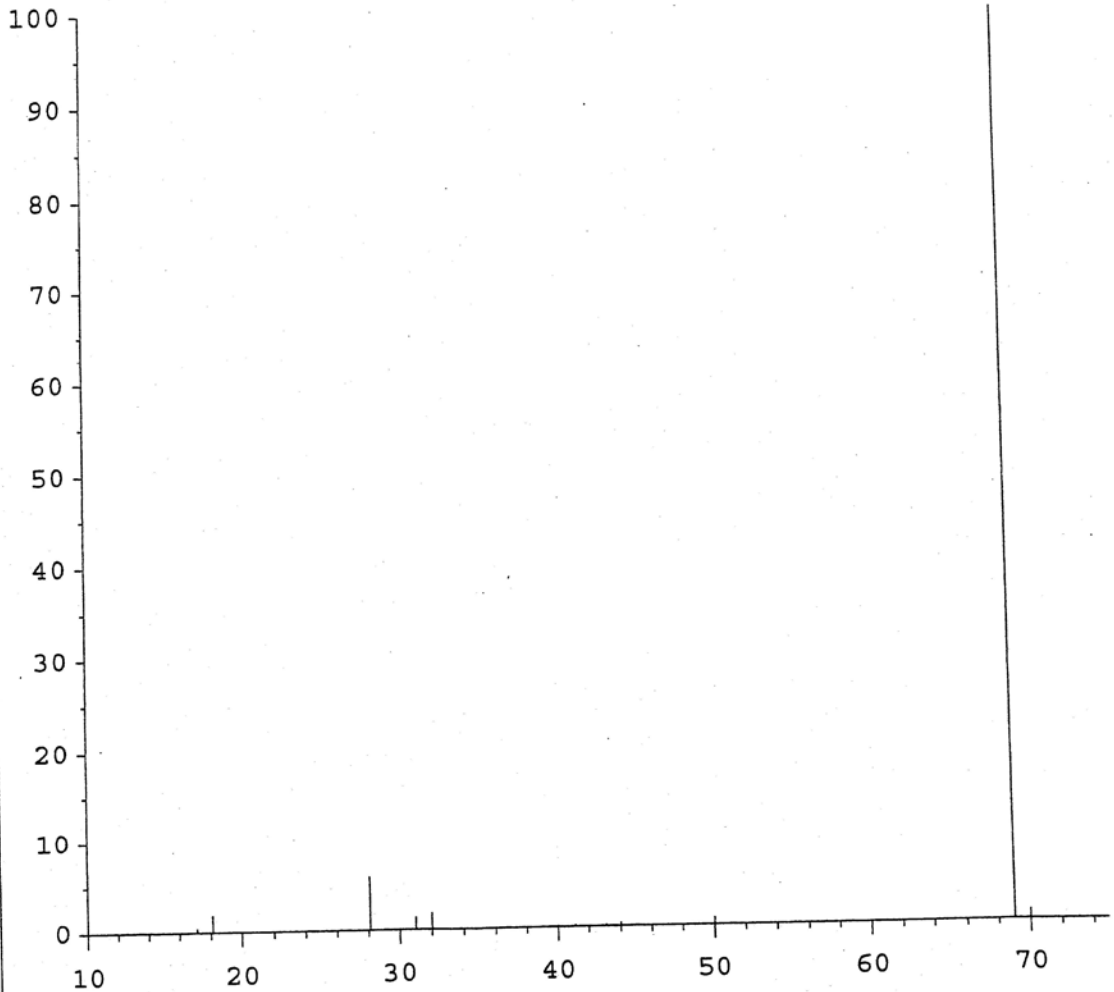
5973 Air and Water Check

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

