

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'Épitestostérone 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
<b>FICHE DE REMIS - Confirmation</b>		

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 dérivaton 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	Instructioos	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 ( $\alpha$ 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)
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)
$\beta$ -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	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 - $\beta$ -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 béta 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'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 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**



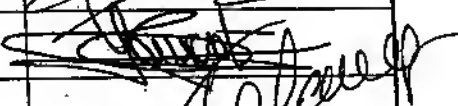
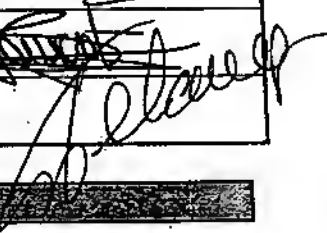
17αMethyltestosterone  
(SI3-) à 4mg/L

<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 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**

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>		

Rédigé par	Personne responsable	Date	
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	

**Version**

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**

**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>ABarlagne</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	<i>N. Mechin</i>
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	<i>S. Martin</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	14/02/2005	<i>J. De Ceaurriz</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	513-046	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)  
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)

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	8093742

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\SHOUBING\220718

Comment:

Operator: 18

Data Path: D:\MS620\Aug1-06\220718

Pre-Seg Cmd:

Post-Seg Cmd:

Method Sections to Run: Only Barcode Match

- (X) Full Method
- ( ) Reprocessing Only

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 pe
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	17807474 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

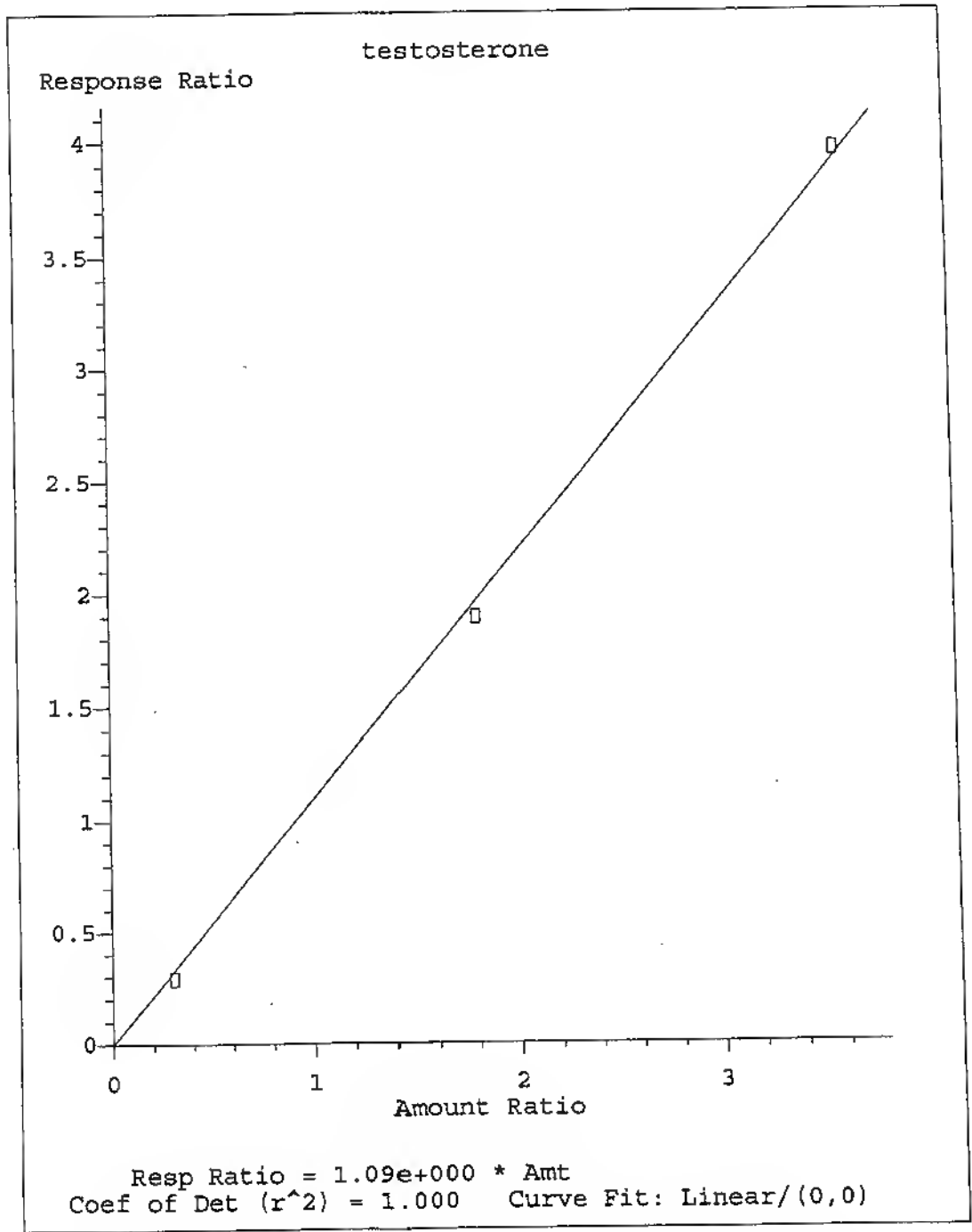
( )

Ret. Time 19.31 min., Extract & Integrate from 18.81 to 19.81 min.

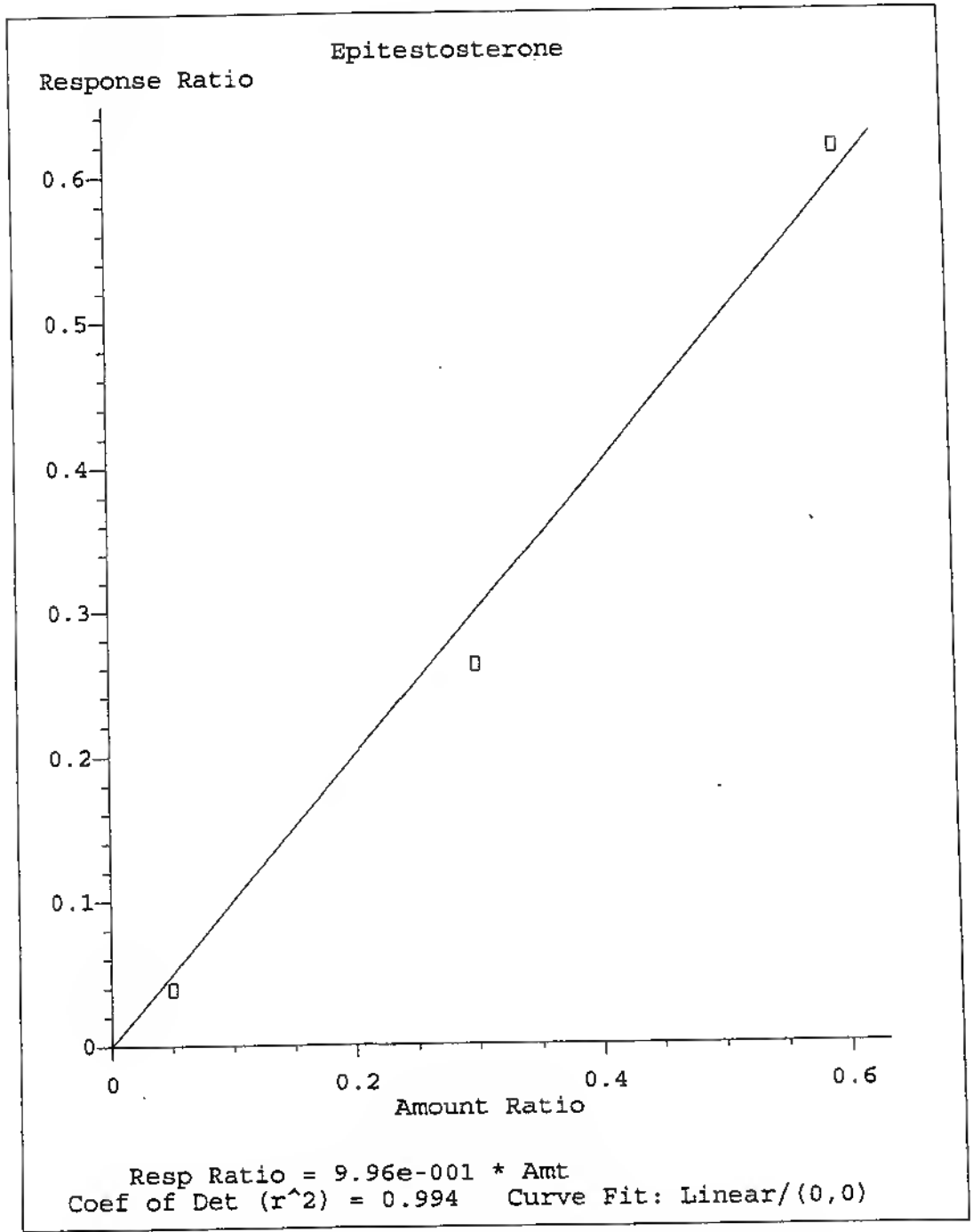
Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration  
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	30.000	1359912
2	180.000	7964015
3	360.000	21495301

Qualifier Peak Analysis ON



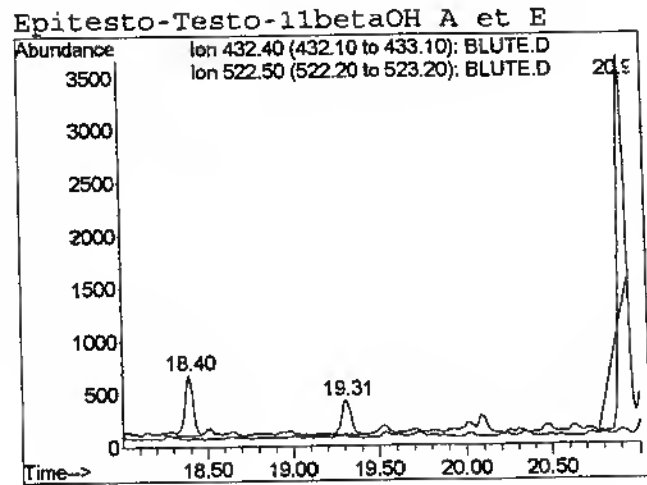
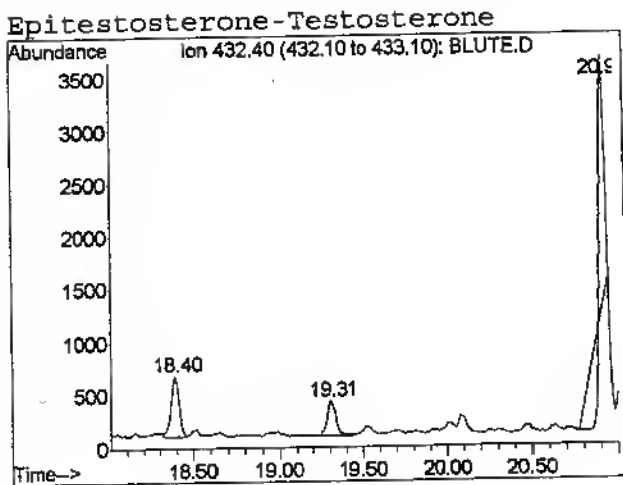
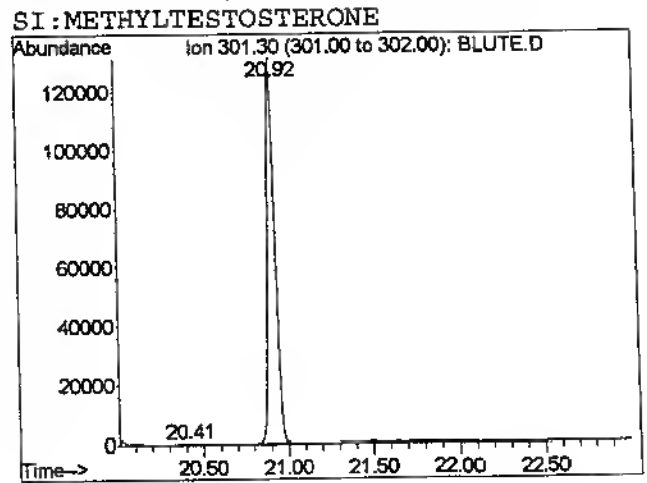
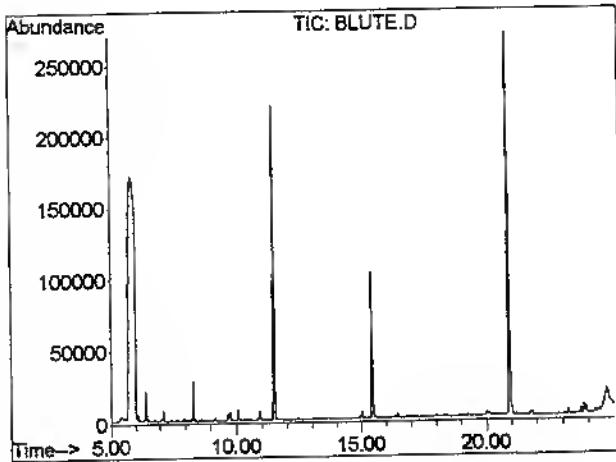
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M  
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006



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

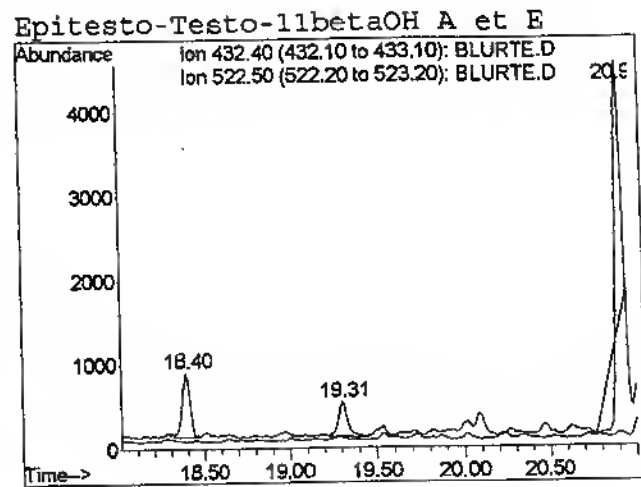
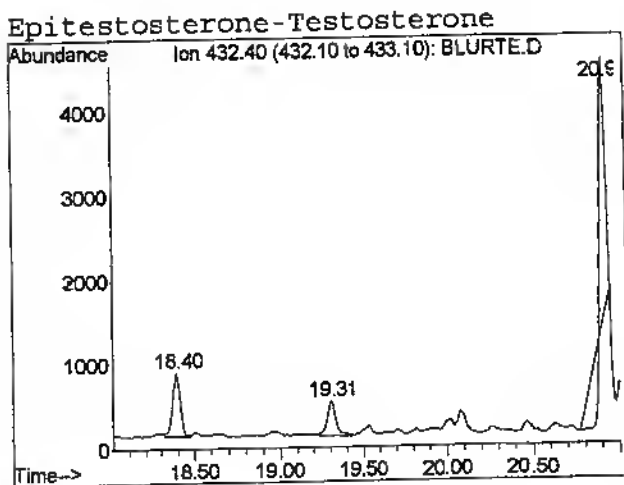
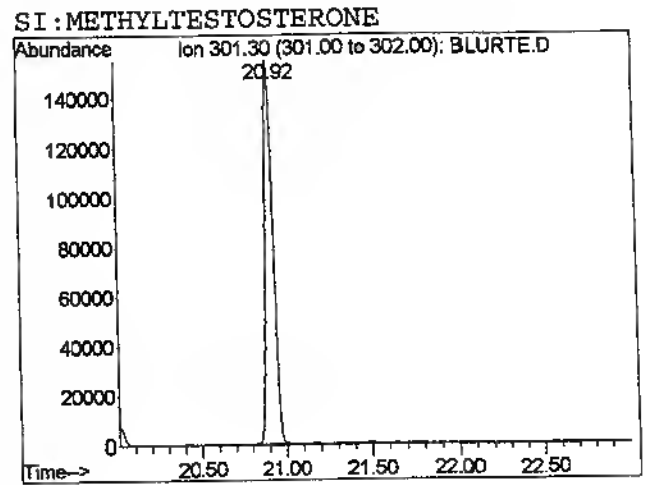
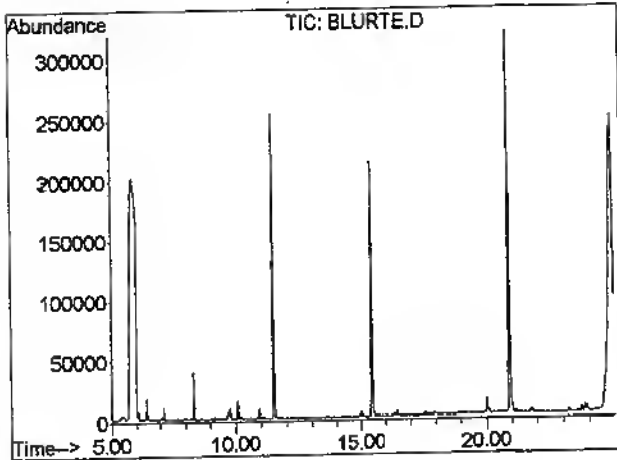
Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone





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

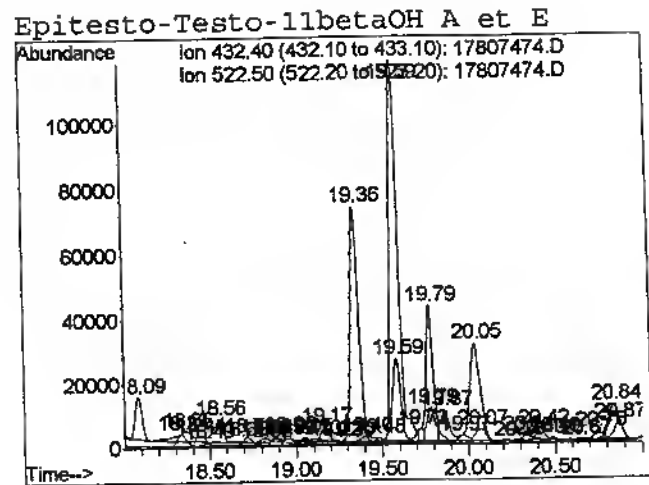
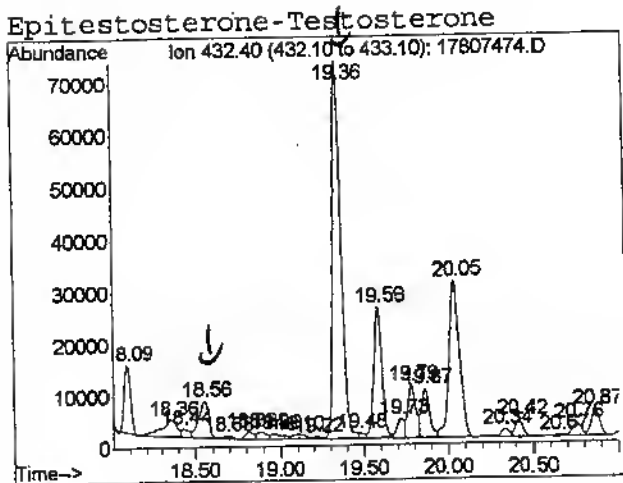
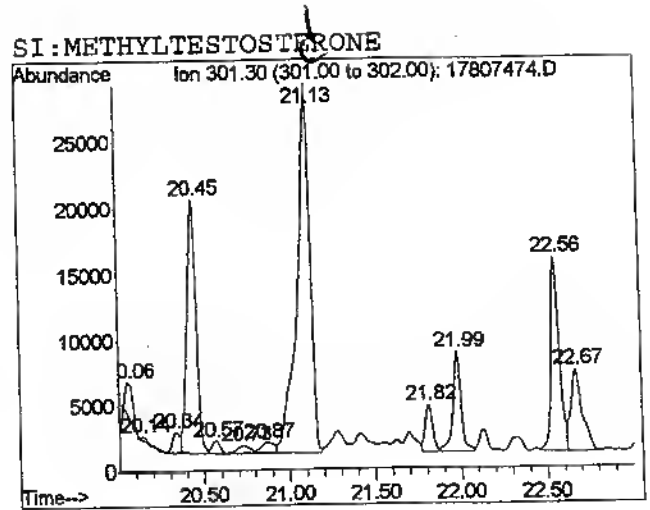
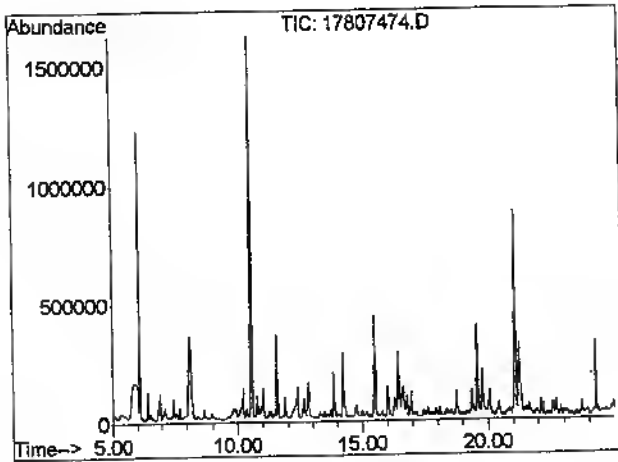
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	21.13	301.3	Methyltestosterone	1397296	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	244818	17.59	ng/mL
3)		19.35	432.4	testosterone	2621497	172.23	ng/mL

## 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

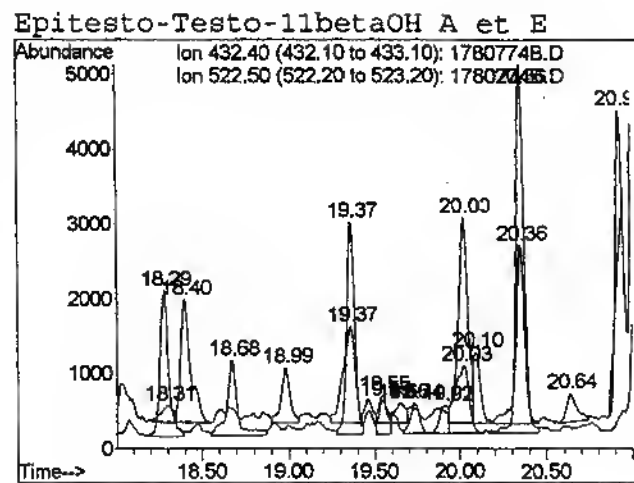
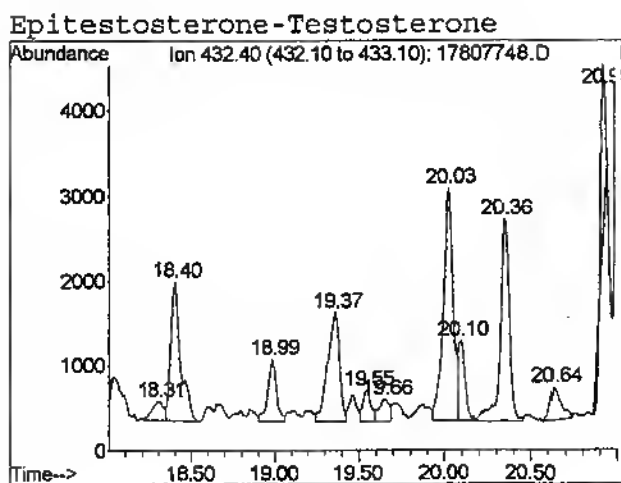
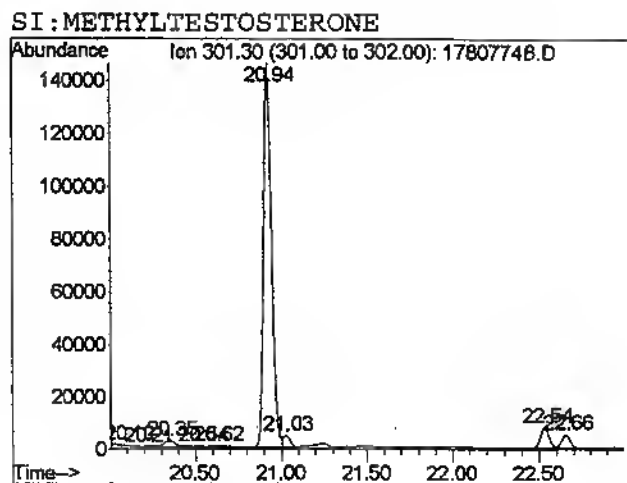
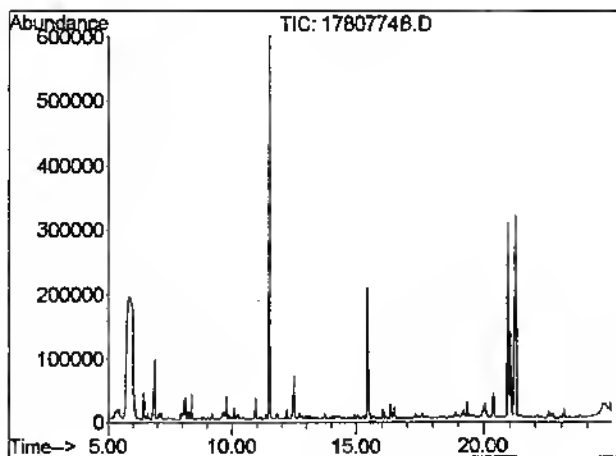
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.94	301.3	Methyltestosterone	4818729	100.00	ng/mL
2)		18.61	432.4	Epitestosterone	4968	0.10	ng/mL
3)		19.36	432.4	testosterone	.55662	1.06	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.2	10.2

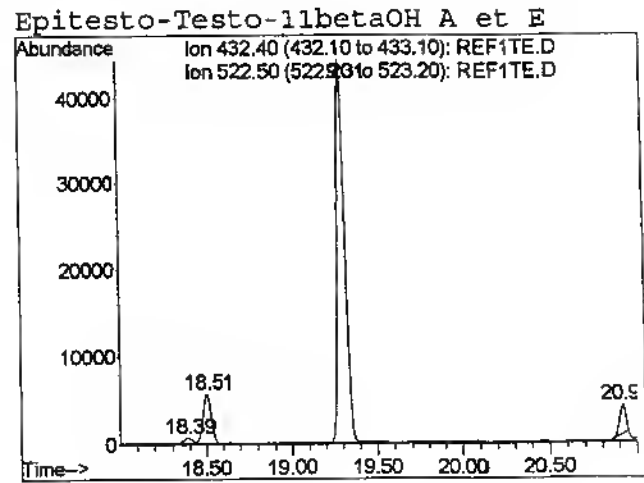
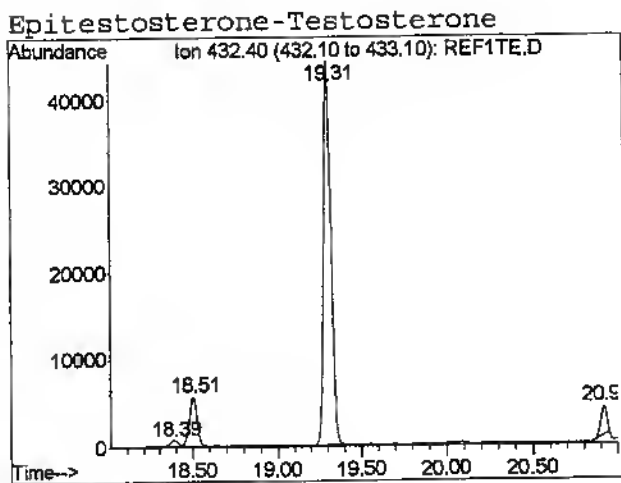
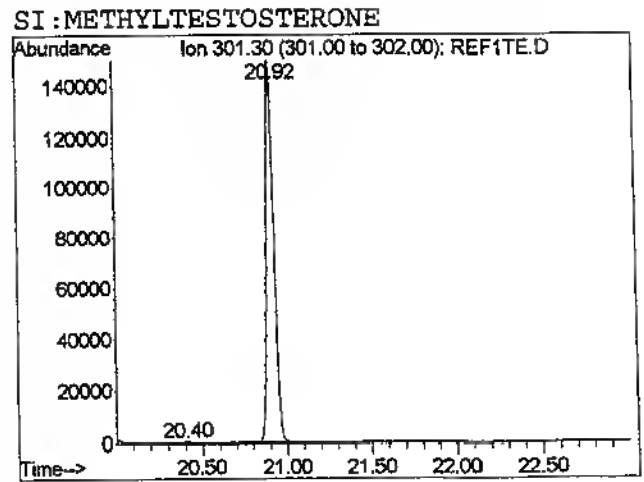
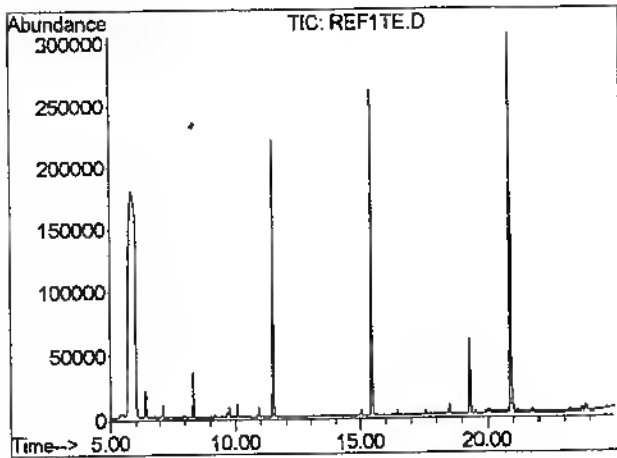
File: D:\Msd20\juil06\2207\1780774B.D  
 Operator: 18  
 Date Acquired: 22 Jul 2006 18:33  
 Instrument: MSD 20  
 Method File: MAN27  
 Sample Name: 178/07 995474 te SSH  
 Misc Info:  
 Vial Number : 11

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



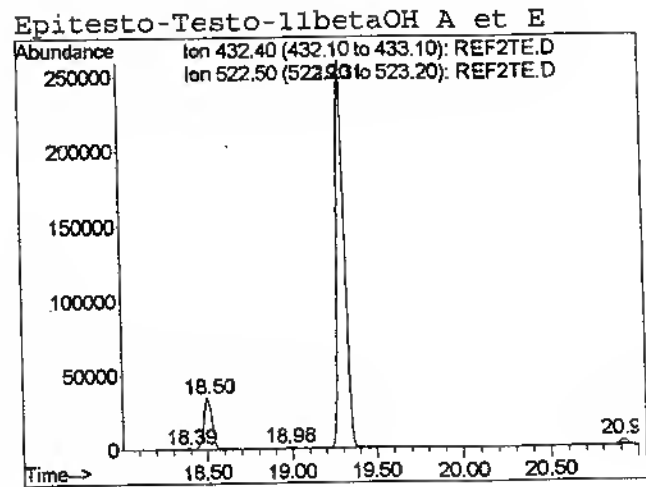
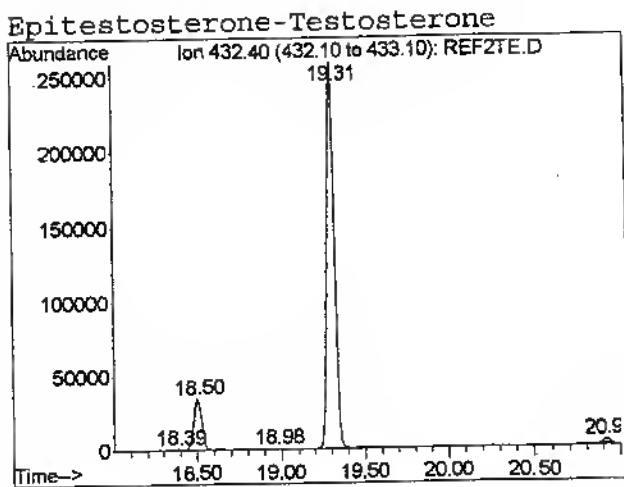
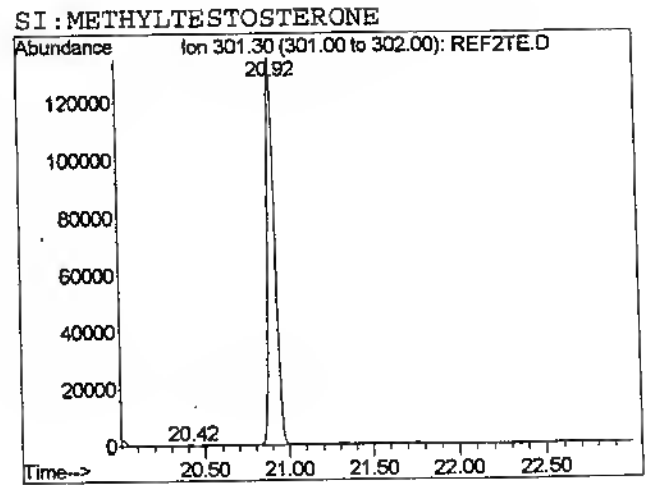
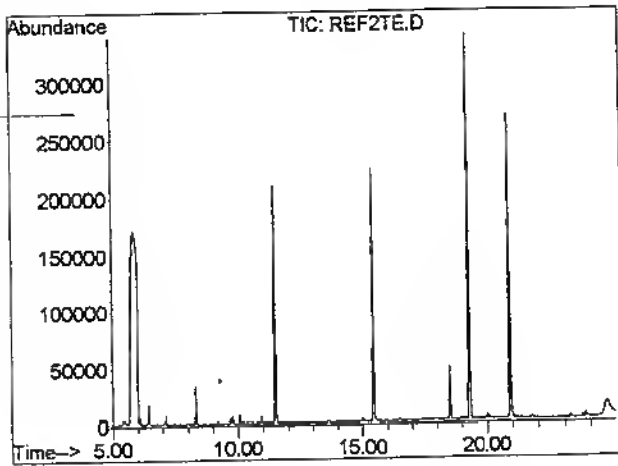
File: D:\Msd20\juil06\2207\REF1TE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:05  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t30 e5  
Misc Info:  
Vial Number : 13

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



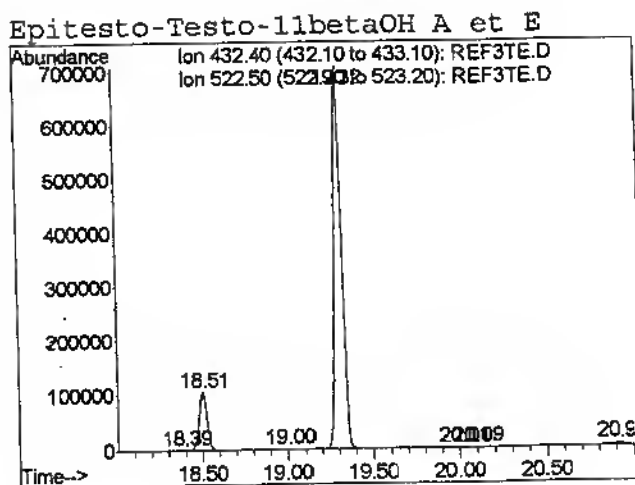
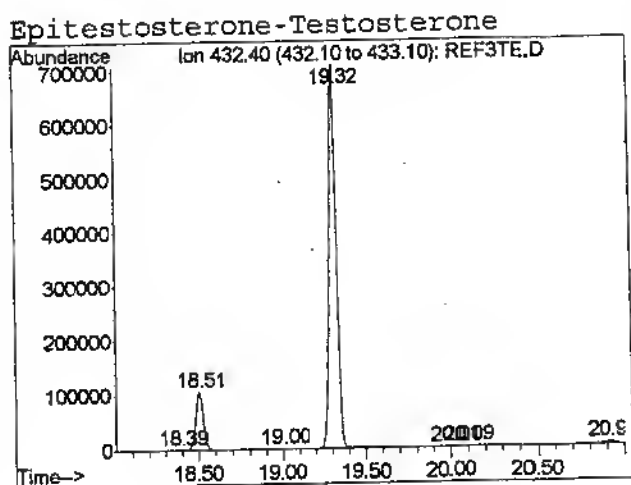
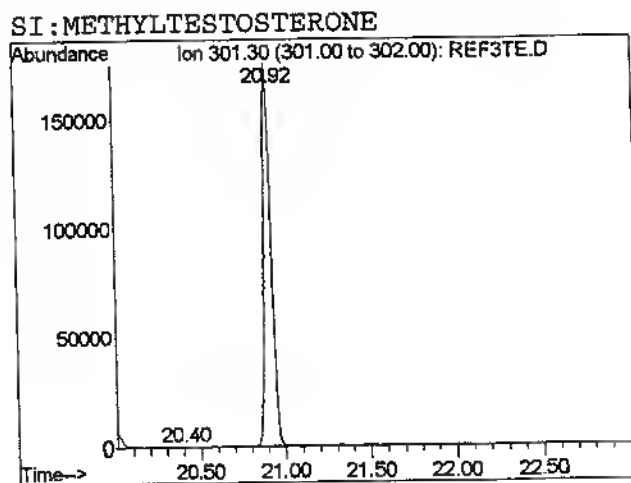
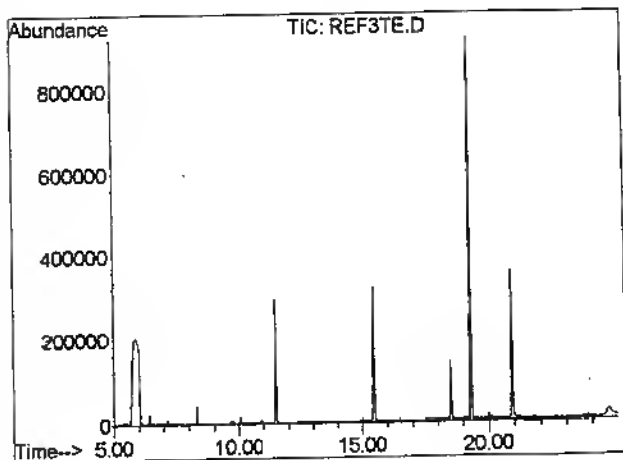
File: D:\msd20\juil06\2207\REF2TE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:36  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t180 e30  
Misc Info:  
Vial Number : 14

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"/>

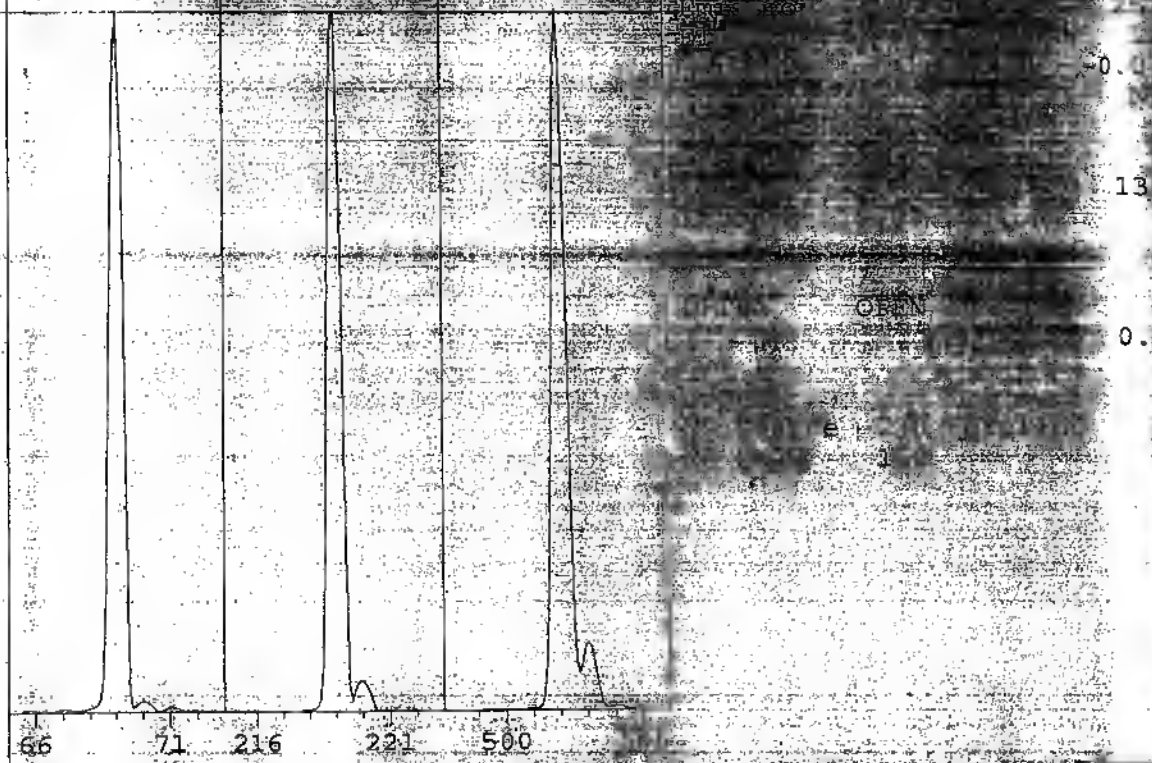
Observations :

Code opérateur et paraphe : **18** 

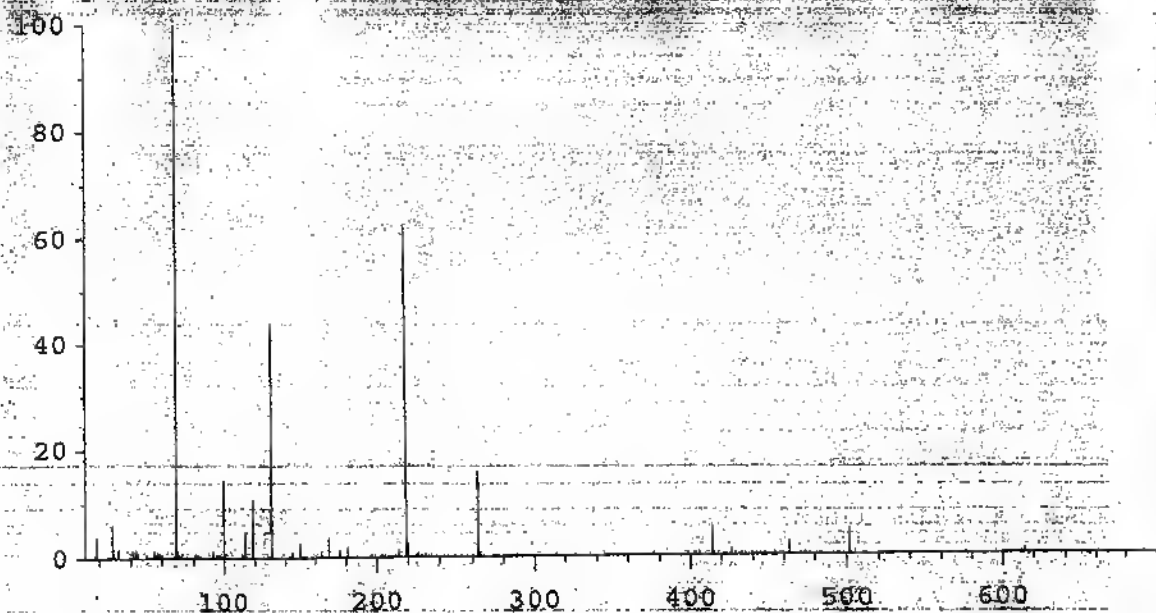
*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil*

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

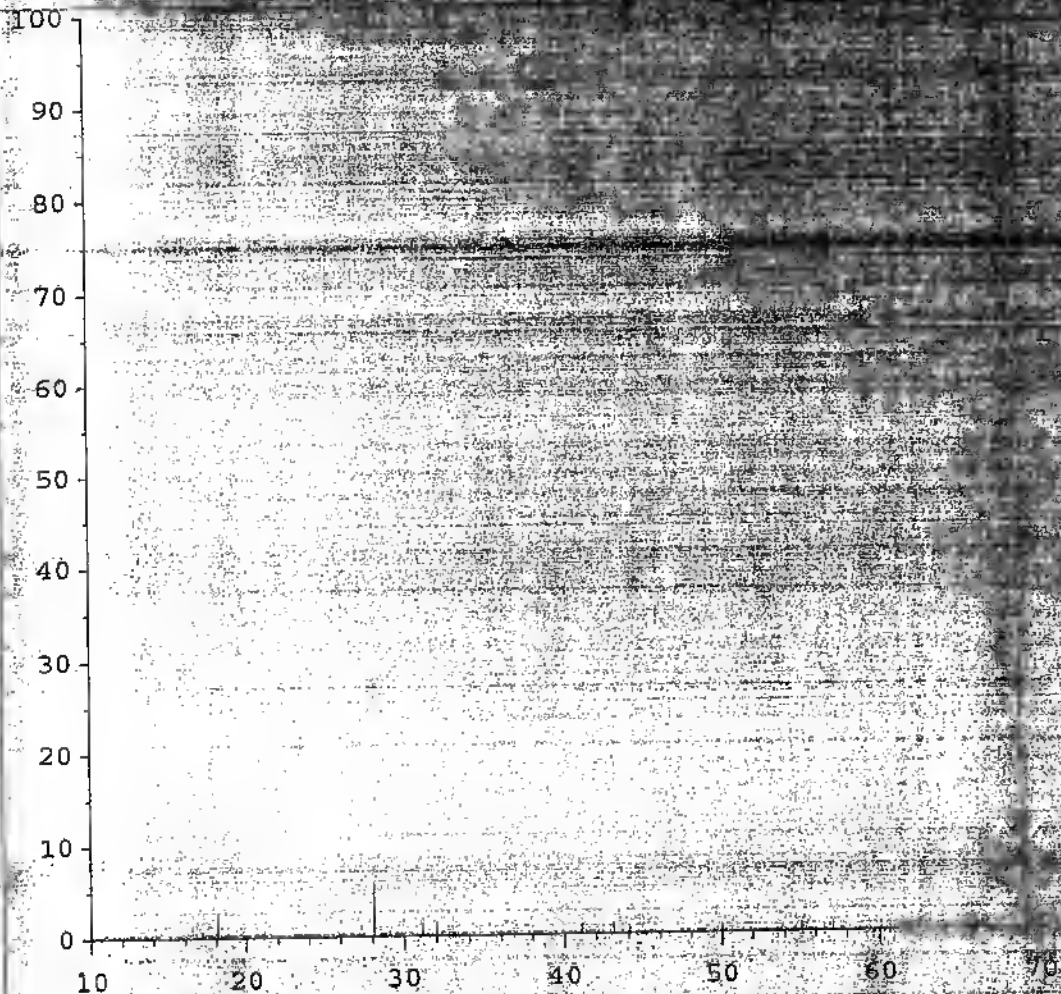


Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10  
 240 peaks Base: 69.00 Abundance: 441856



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:

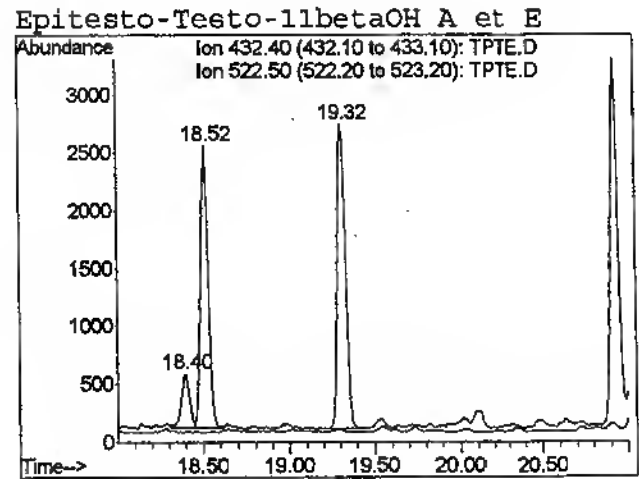
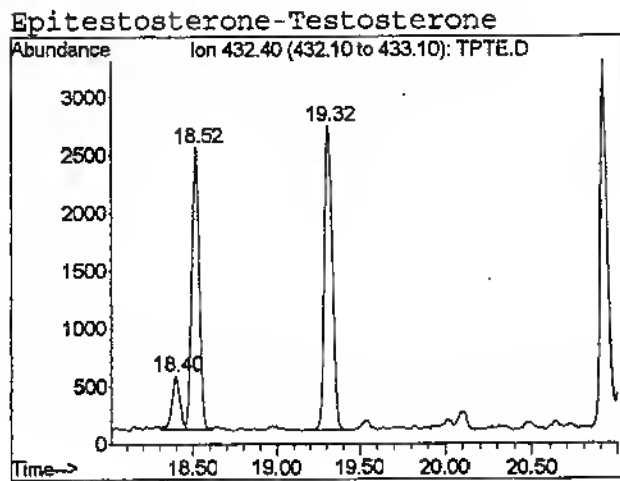
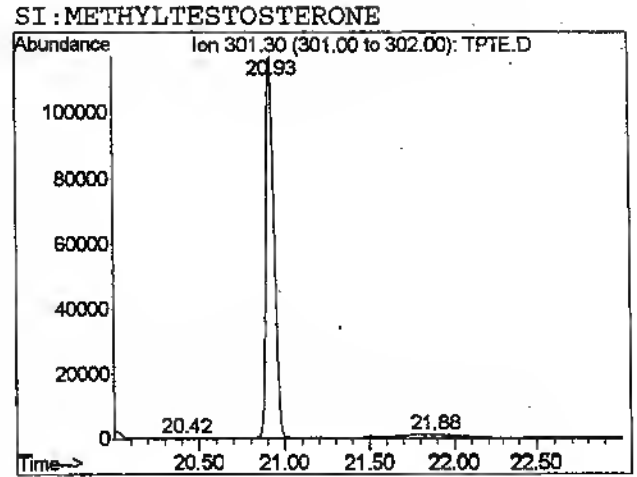
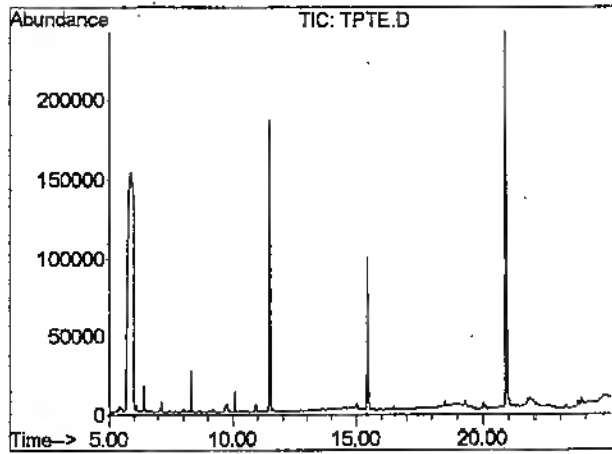
Rep = 29.5 Dnt1 = 19.07 Entr = 14 FOCUS = 90 EMV = 1353

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	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	4680010	1359912	181309
REF2 REF2TE	4212735	7964015	1100720
REF3 REF3TE	5428625	21495301	3350917
17807474	1397296	2621497	244818

**RESULTAT DE L'ECHANTILLON**

	Concentration Testostérone	Concentration Epitestostérone	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'Epitestostérone : *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 Epitestostérone 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'Epitestostérone	<i>13</i>	

Ecart n° :

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