

USADA 0293

**FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES**

**CONFIRMATION QUANTITATIVE**

N° de laboratoire : AB10 N° échantillon : 0995474  
 Produit(s) confirmé(s) : Analyse Isotopique <sup>13</sup>C/<sup>12</sup>C  
 pH mesuré en conf : 5.2 Densité affichée en conf : 1.025  
 Réfractomètre n° : 2  
 \* Densité corrigée : 1.025

**CONFIRMATION QUANTITATIVE**

Essai n° : EC 31  
 Mode opératoire de préparation : M-EX-24 Version : C  
 Mode opératoire d'analyse : M-AN-5241 Version : A/B  
 CG/SM (SCAN)  CG/SM (SIM)  CG/SM2  CG/SM3   
 CL/SM  CL/SM2  CL/SM3  CL/UV   
 IMM  EPO  CG/C/IRMS  Cytométrie

**CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE**

Essai n° : EC  
 Mode opératoire de préparation : M-EX- Version :   
 Mode opératoire d'analyse : M-AN- Version :   
 CG/SM (SIM)  CG/SM (SCAN)   
 CL/SM (SIM)  CL/SM2  CL/SM3  CL/UV   
 Concentration estimée :   
 \* Concentration corrigée :

**CONFIRMATION QUANTITATIVE**

Essai n° :   
 Mode opératoire de préparation :  Version :   
 Mode opératoire d'analyse : M-AN- Version :   
 CG/TSD  CG/SM (SIM)  CG/SM (SCAN)  IMM   
 Concentration mesurée :   
 \* Seuil corrigé :

**DEPISTAGE RAPIDE**

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

Code opérateur de l'analyste : 26 Code opérateur du responsable : 49  
 Date et paraphe : 05/03/06 *cf* Date et paraphe : 05/03/06 *cf*  
 Hors portée d'accréditation :   
 Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :

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

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

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

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

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

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur Vortex	Acétonitrile
Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 50 µl de pyridine Ajouter 50 µl d'anhydride acétique	Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner Vortex	Pyridine desséchée Anhydride acétique > 99%
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale Agiter 5 secondes et boucher	Vortex	
Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante	Bain à sec à 60°C ou Portoir à tubes sous hotte	<b>SPECIMEN</b>
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes	Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit  Vortex	Acétonitrile Eau ultrapure
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08	Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)	Bain à sec à 80°C	Azote

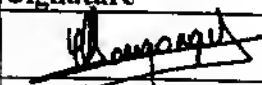


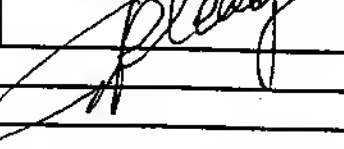
<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

**Traitement des fractions F1, F2 et F3**

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

**SPECIMEN**

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

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

**EVOLUTIONS**

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

**SPECIMEN**

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

Mode opératoire d'extraction: M-EX-24

Echantillon: 178107 B 995 474 Sexe: M  F

Mis à l'ambient de l'échantillon: Date: 08/08/06 Heure: 9h12

Prise d'essai: Volume: 30 mL Heure: 11h03 Paraphe: Ref

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	08/08/06	pHmet n°: 4	21,8	5,18	<i>Ref</i>
Densité	08/08/06	Refract n°: 2		1,025	<i>Ref</i>

Blanc urinaire: Pool 4 Densité: 1,023 Prise d'essai: 16 mL Paraphe: Ref

**Préparation de l'échantillon**

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	08/08/06	11h26		Rapid Trace : RT02J	<i>Ref</i>
	08/08/06		13h00		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	08/08/06	13h03	13h48	Bain à sec (BSE) : S21	<i>Ref</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Hydrolyse	08/08/06	13h55		Code du tampon : p1165 TPA 06.08 DLU* de la βGlu : 01.08.06 Etuve n° : 5	<i>Ref</i>
	08/08/06		14h57		
Deuxième extraction	08/08/06	15h10		Rapid Trace : RT02J	<i>Ref</i>
	08/08/06		16h52		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	

\*DLU: date limite d'utilisation

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

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	03/08/06	16h55	18h00	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Acétylation	03/08/06	18h05		DLU* Anhydride acétique R.11.08 DLU* Pyridine 10/2006	Ref
	04/08/06		9h14	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	04/08/06	9h14	9h20	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Troisième extraction	04/08/06	9h23		Rapid Trace : 2707D	Ref
	04/08/06		10h49		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Evaporation	04/08/06	10h52	10h50	Bain à sec (BSE) : M4	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Ajout SI,	04/08/06	12h55		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	Ref
Mise en vial	04/08/06		13h05	003F	
Evaporation	04/08/06	13h09		Bain à sec (BSE) : S21	Ref
	04/08/06		13h18		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-ER 1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	3	10	3
Volume hexane (µl)	200	400	100



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

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	04/08/06	13h20			Ref
Injection CG/MS	04/08/06	13h22		MSD 22	Ref
	04/08/06		16h40		
Ajout du SI si nécessaire	04/08/06	16h45		Code du SI (200ng/μL) : H67- 007	Ref
Evaporation	04/08/06	16h50	16h55	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

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

Analyse par GC/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	13	85	7
Volume final hexane (μl)	150	850	45

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

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	04/08/06	16h58			Ref
Injection GC/C/IRMS	04/08/06	17h00		ISOPRIME 1	Ref

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

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

Ecart n° :

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

TOPLEVEL PARAMETERS

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

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

Method Comments:  
This is the default method

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp: 70 'C (On)  
Initial time: 1.00 min

Maximum temp: 325 'C  
Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	30.00	270	12.00
2	10.00	300	3.00
3	0.0(Off)		

Post temp: 70 'C  
Post time: 0.00 min  
Run time: 25.67 min

FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)

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

BACK INLET (UNKNOWN)

COLUMN 1

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

COLUMN 2  
(not installed)

74

FRONT DETECTOR ( )

BACK DETECTOR ( )

SIGNAL 1  
 Data rate: 20 Hz  
 Type: test plot  
 Save Data: Off  
 Zero: 0.0 (Off)  
 Range: 0  
 Fast Peaks: Off  
 Attenuation: 0

SIGNAL 2  
 Data rate: 20 Hz  
 Type: test plot  
 Save Data: Off  
 Zero: 0.0 (Off)  
 Range: 0  
 Fast Peaks: Off  
 Attenuation: 0

COLUMN COMP 1  
 (No Detectors Installed)

COLUMN COMP 2  
 (No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2  
 Use: MSD Transfer Line Heater  
 Description:  
 Initial temp: 300 'C (On)  
 Initial time: 0.00 min  
 # Rate Final temp Final time  
 1 0.0(Off)

POST RUN  
 Post Time: 0.00 min

TIME TABLE  
 Time Specifier Parameter & Setpoint

7673 Injector

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

Back Injector:  
 0 parameters specified  
 Column 1 Inventory Number : ?  
 Column 2 Inventory Number :

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Tune File : atune.u  
 Acquisition Mode : Scan

MS Information

Solvent Delay : 9.00 min  
 M Absolute : False  
 M Offset : 0  
 Resulting EM Voltage : 1905.9

Scan Parameters]

Low Mass : 50.0

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

[MSZones]

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

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS  
-----

DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

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

Percent Report Settings  
-----

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings  
-----

Peak Location of Unknown: Apex

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

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No  
Printer: Yes  
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings  
-----

Method: MAN\_52.M

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Page: 3

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Calibration Last Updated:

Reference Window: 10.00 Percent

Non-Reference Window: 5.00 Percent

Correlation Window: 0.02 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

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

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS  
-----

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Sequence Name: C:\MSDCHEM\1\sequence\2006\Aout06\0408.S

Comment:

Operator: 26

Data Path: D:\MSD22\AOUT06\0408\

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

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

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

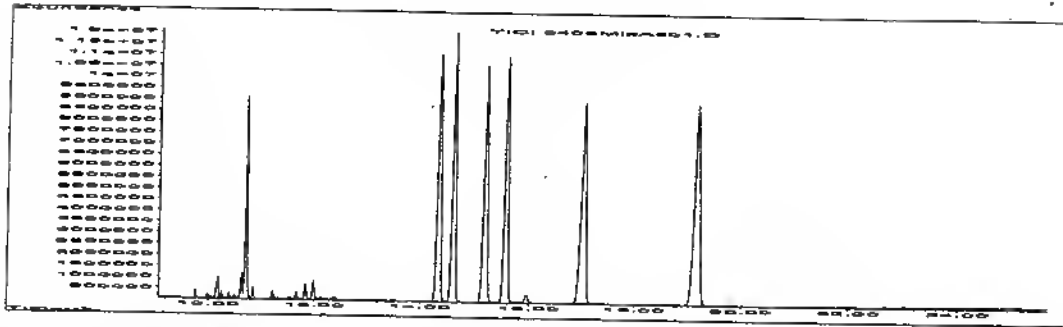
Line		Sample Name/Misc Info
1)	Calibration	1
	Datafile	0408MixAc01
	Method	MAN_52
2)	Blank	2 blulf3 MAN_52 Blu 1 F3
3)	Sample	3
	Datafile	17807474f3
	Method	MAN_52
4)	Blank	4 blulf1 MAN_52 Blu 1 F1
5)	Sample	5
	Datafile	17807474f1
	Method	MAN_52
6)	Blank	6 blulf2 MAN_52 Blu 1 F2
7)	Sample	7
	Datafile	17807474f2
	Method	MAN_52

Séquence vérifiée par : 26.....

Remarques : .....

.....

Data File Name 0408MixAc01.D  
 Data File Path D:\MsD22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 9:43  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 50  
 Vial Number 1  
 Misc Info Mix Acétate 001 50 ng injecté



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

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.70		258	14,559,348
Etiocolanolone AC	14.37	1.343	272	27,927,453
Androsterone AC	14.63	1.368	272	46,140,764
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.420	256	27,022,036
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.58	1.457	316	37,046,436
11 KetoEtiocolanolone AC	17.09	1.597	271	36,707,461
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.21	1.796	284	45,892,036

**M2 signal**

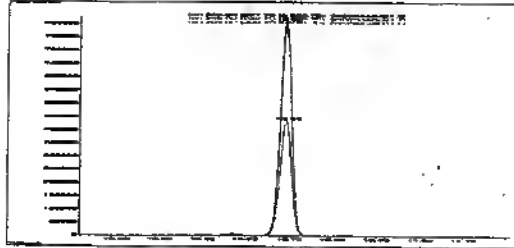
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	15,126,010	103.9
Etiocolanolone AC	257	17,606,728	63.0
Androsterone AC	257	19,683,079	42.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	24,536,719	90.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	21,410,205	57.8
11 KetoEtiocolanolone AC	191	30,056,893	81.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	25,822,025	56.3

**M3 signal**

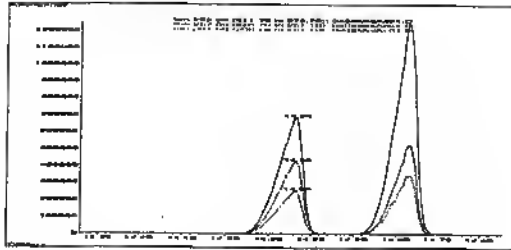
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,054,385	55.3
Etiocolanolone AC	201	10,598,971	38.0
Androsterone AC	218	13,895,009	30.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	20,649,090	76.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	18,348,951	49.5
11 KetoEtiocolanolone AC	286	22,112,785	60.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,834,532	28.0



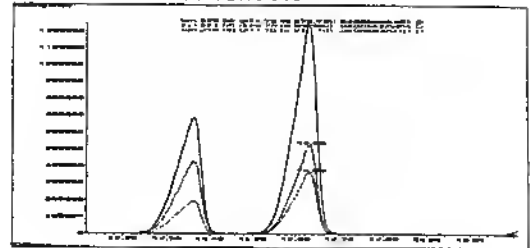
5a Androstanol AC



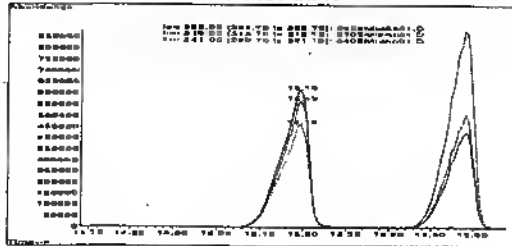
Etiocholanolone AC



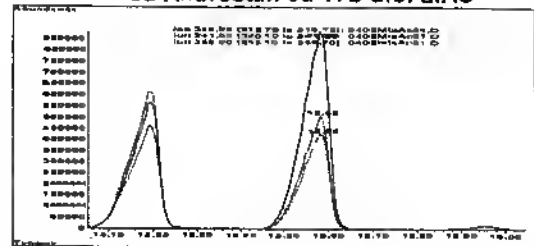
Androsterone AC



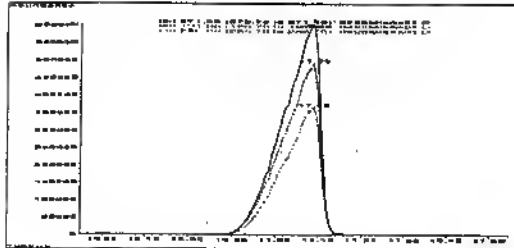
5b Androstan 3a 17b diol diAC



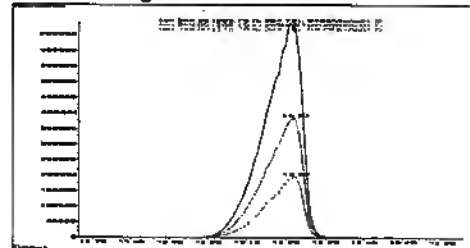
5a Androstan 3a 17b diol diAC



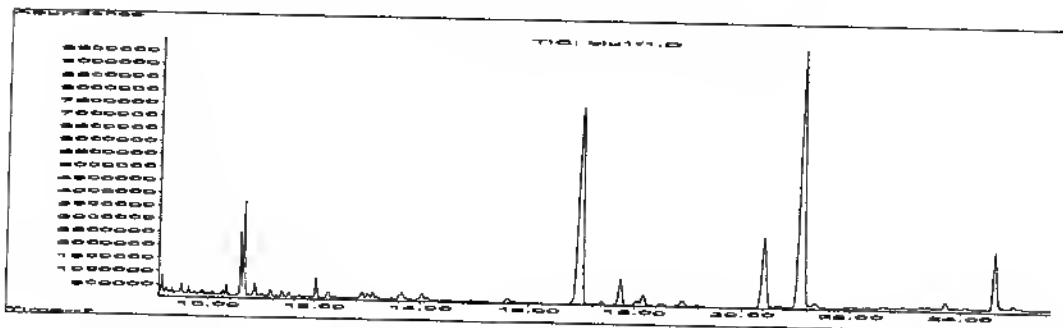
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1f1.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 14:26  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F1  
 Vial Number 4  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



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

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	5,520,561
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocolanolone AC	17.01	1.594	271	27,855,670
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

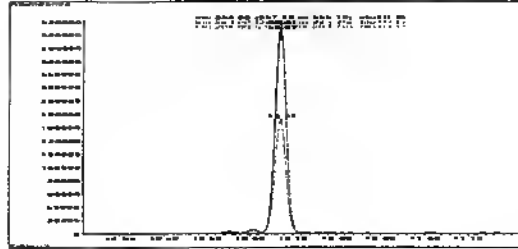
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,774,860	104.6
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	191	22,757,434	81.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

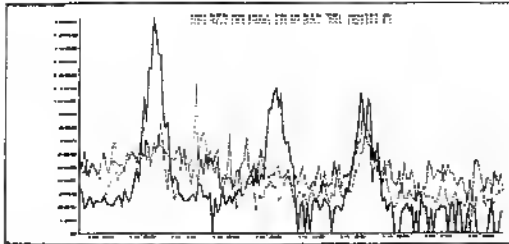
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,105,342	56.3
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	286	16,920,850	60.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

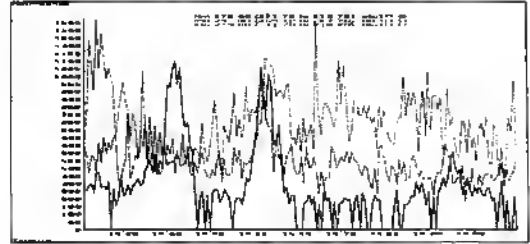
5a Androstanol AC



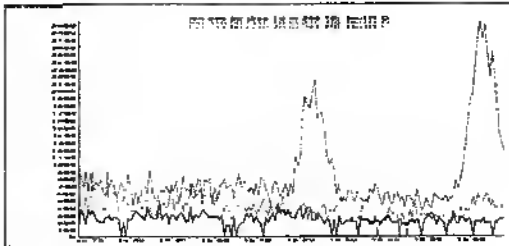
Etiocholanolone AC



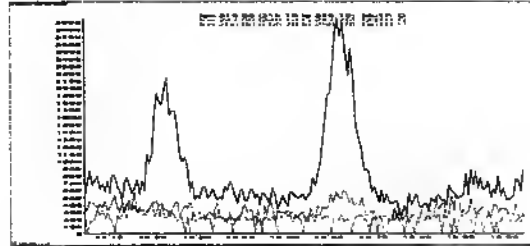
Androsterone AC



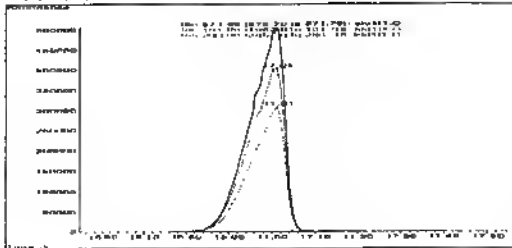
5b Androstan 3a 17b diol diAC



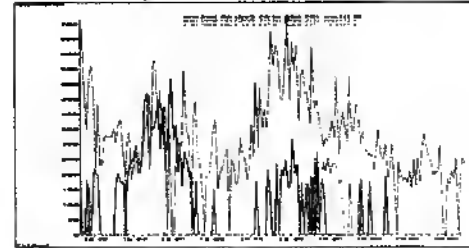
5a Androstan 3a 17b diol diAC



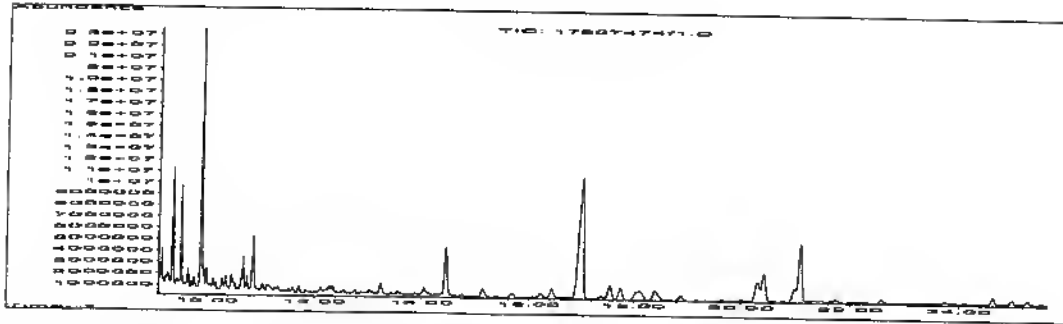
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474f1.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 14:59  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 B995474 F1  
 Vial Number 5  
 Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 1 dans 100µL



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

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,012,619
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocolanolone AC	17.05	1.596	271	46,222,964
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

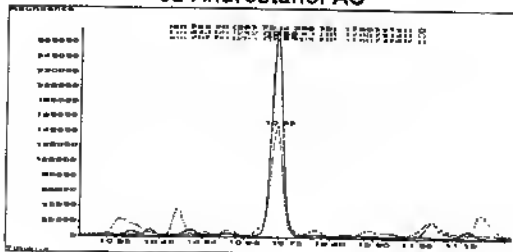
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,291,627	105.6
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	191	36,126,360	78.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

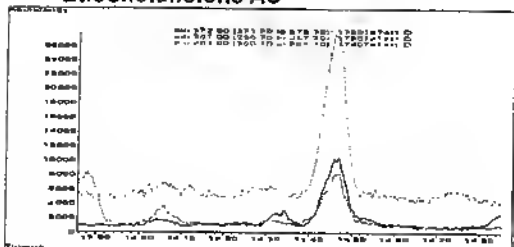
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,048,558	60.8
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	286	28,286,843	61.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

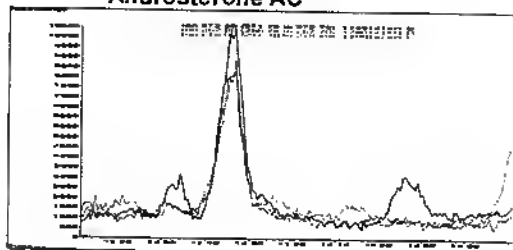
5a Androstanol AC



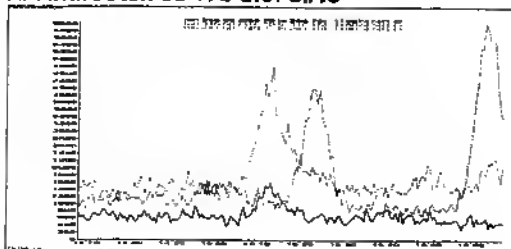
Etiocholanolone AC



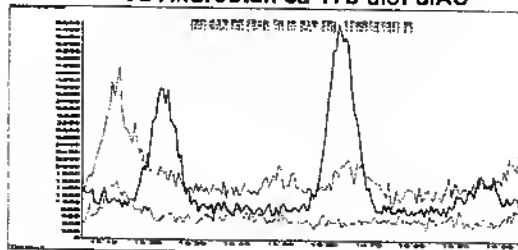
Androsterone AC



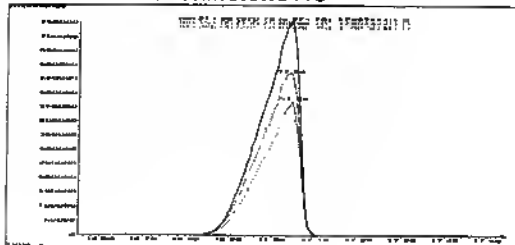
5b Androstan 3a 17b diol diAC



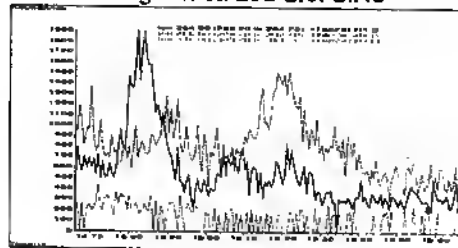
5a Androstan 3a 17b diol diAC



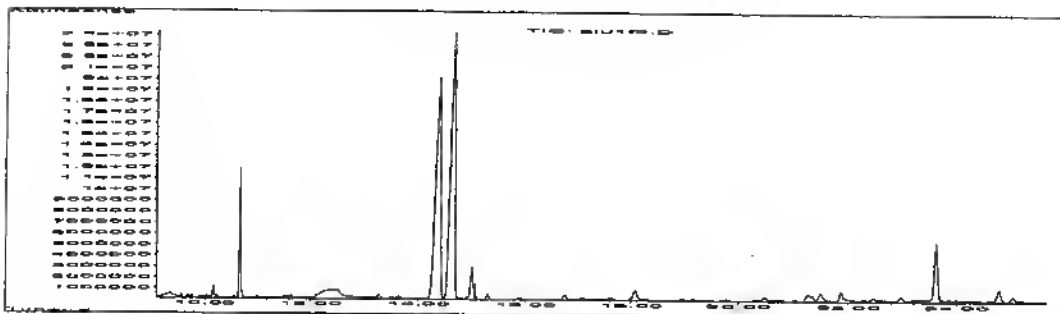
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1f2.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 15:31  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F2  
 Vial Number 6  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



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

Name	Ret Time	Ref Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	20,287,078
Etiocholanolone AC	14.40	1.348	272	77,262,593
Androsterone AC	14.68	1.375	272	150,213,193
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

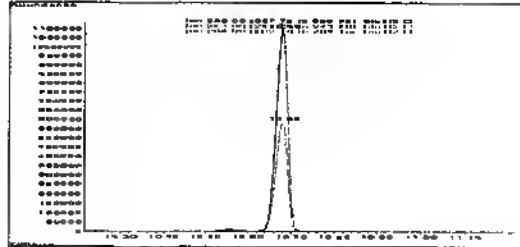
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	20,899,494	103.0
Etiocholanolone AC	257	47,707,175	61.7
Androsterone AC	257	63,281,939	42.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

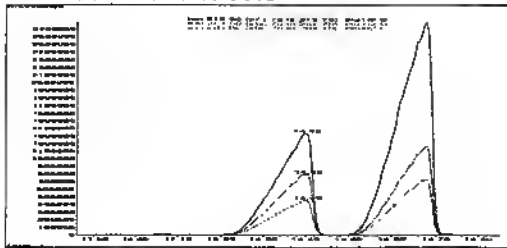
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	11,082,620	54.6
Etiocholanolone AC	201	27,413,943	35.5
Androsterone AC	218	42,679,798	28.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

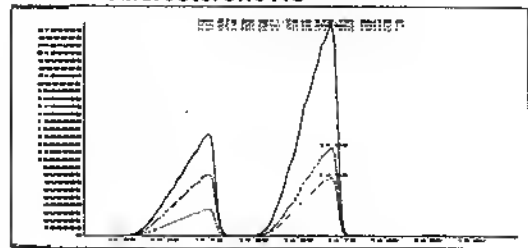
5a Androstanol AC



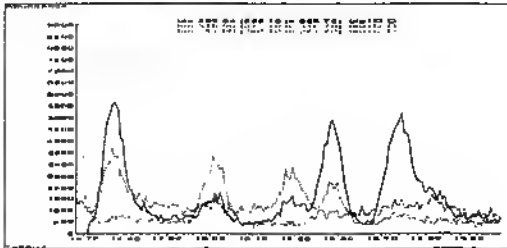
Etiocholanolone AC



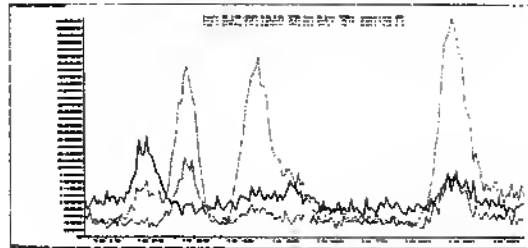
Androsterone AC



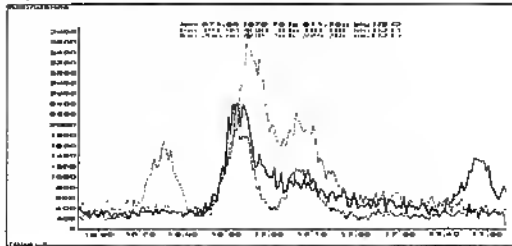
5b Androstan 3a 17b diol diAC



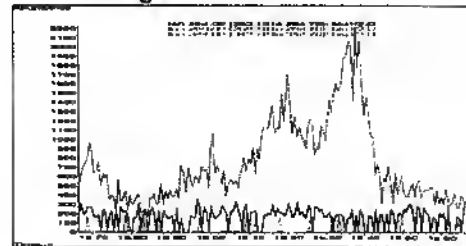
5a Androstan 3a 17b diol diAC



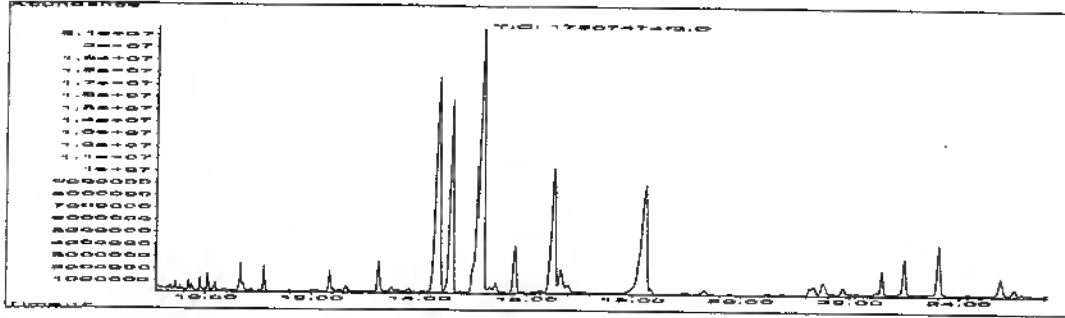
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474f2.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 16:03  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 8995474 F2  
 Vial Number 7  
 Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 2 dans 400µL



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

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	3,447,735
Etiocholanolone AC	14.37	1.346	272	56,129,234
Androsterone AC	14.63	1.371	272	66,514,969
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

**M2 signal**

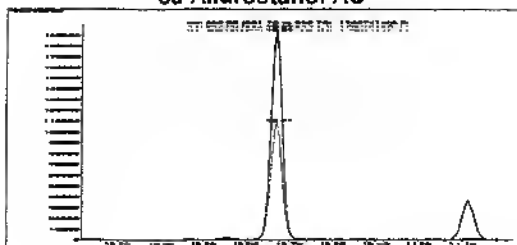
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,645,387	105.7
Etiocholanolone AC	257	34,755,167	61.9
Androsterone AC	257	28,337,297	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

**M3 signal**

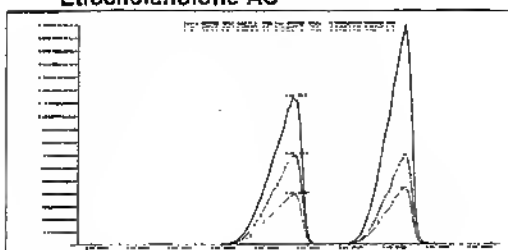
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,986,261	57.6
Etiocholanolone AC	201	20,012,288	35.7
Androsterone AC	218	19,275,305	29.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0



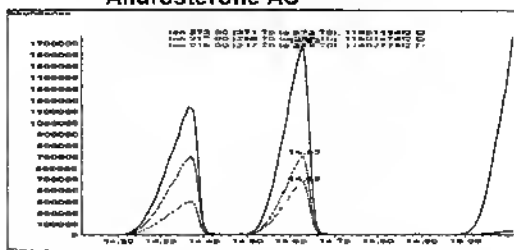
5a Androstanol AC



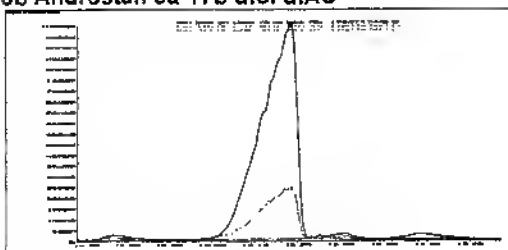
Etiocholanolone AC



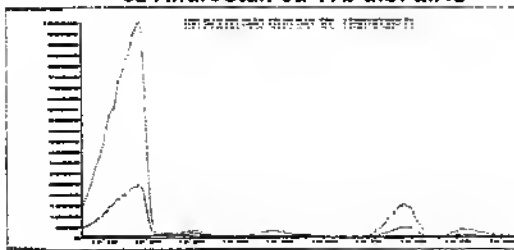
Androsterone AC



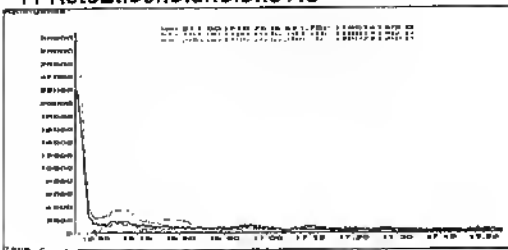
5b Androstan 3a 17b diol diAC



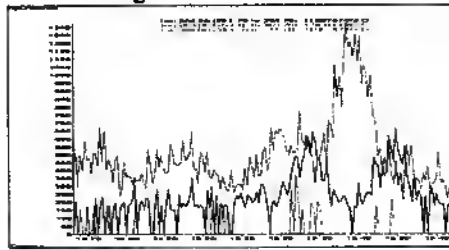
5a Androstan 3a 17b diol diAC



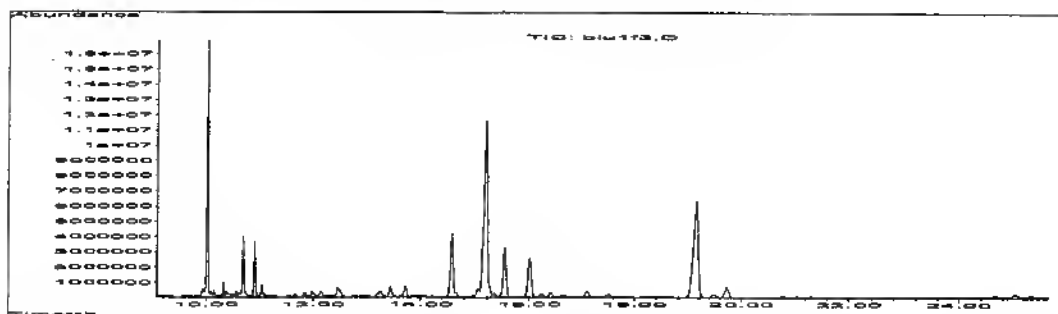
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1f3.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 13:22  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F3  
 Vial Number 2  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



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

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	5,912,258
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.421	256	30,691,343
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.54	1.453	316	9,191,814
11 KetoEtiocolanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.17	1.793	284	28,874,790

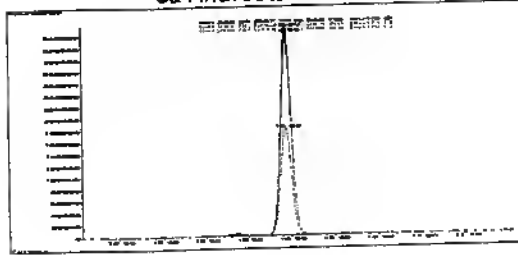
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,184,142	104.6
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	28,217,276	91.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,536,180	60.2
11 KetoEtiocolanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	16,189,201	56.1

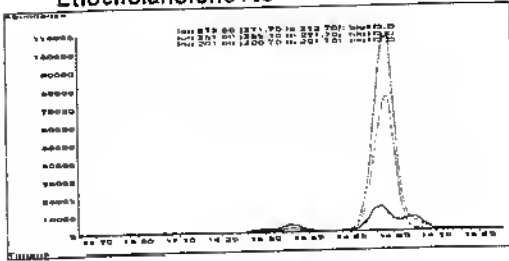
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,235,828	54.7
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	23,375,042	76.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,622,981	50.3
11 KetoEtiocolanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	8,026,255	27.8

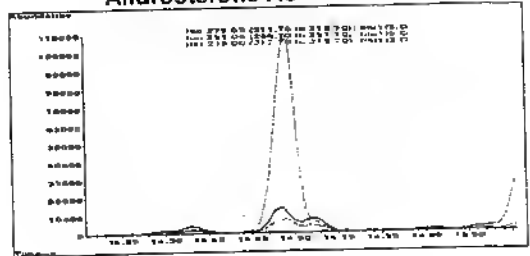
5a Androstano AC



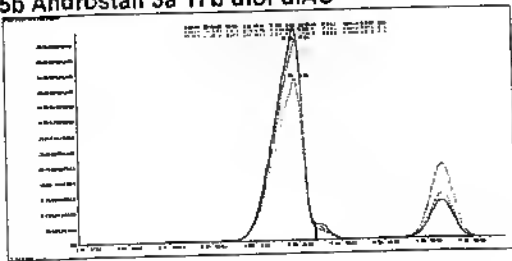
Etiocholanolone AC



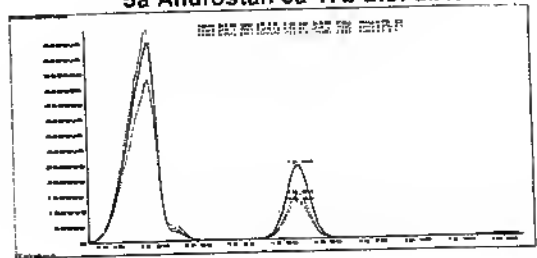
Androsterone AC



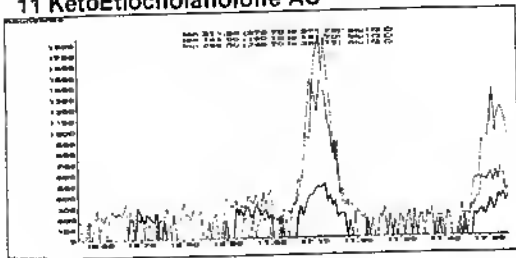
5b Androstan 3a 17b diol diAC



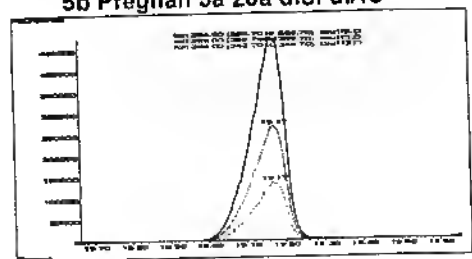
5a Androstan 3a 17b diol diAC



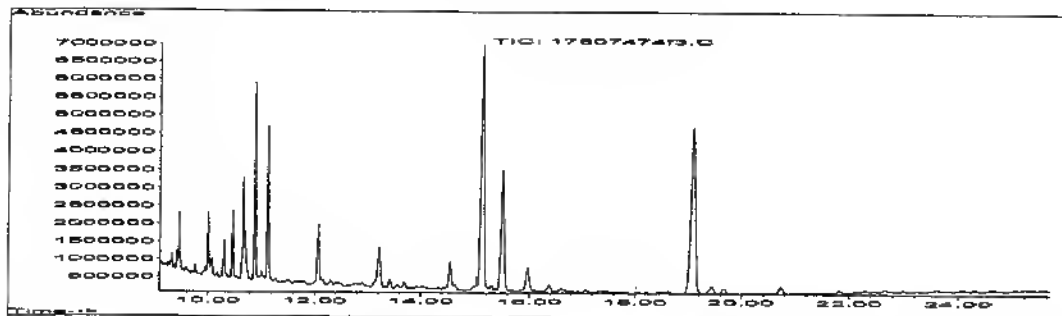
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474f3.D  
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\  
 Operator 26  
 Date Acquired 8/4/2006 13:54  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name 178/07 B995474 F3  
 Vial Number 3  
 Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 3 dans 100µL



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

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	4,330,622
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.14	1.418	256	15,590,168
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.50	1.452	316	9,733,826
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.12	1.791	284	20,380,358

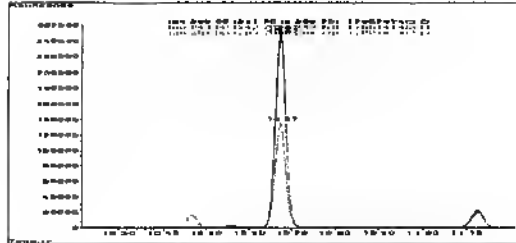
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,507,718	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,182,571	91.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,804,397	59.6
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	11,439,074	56.1

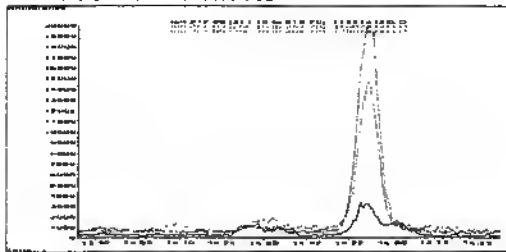
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,391,308	55.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,985,724	76.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,855,730	49.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,570,119	27.3

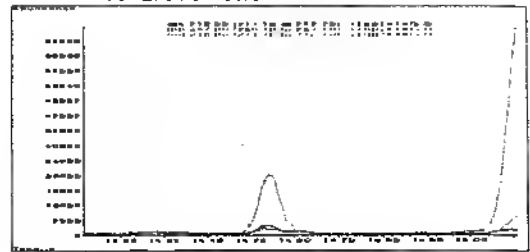
5a Androstanol AC



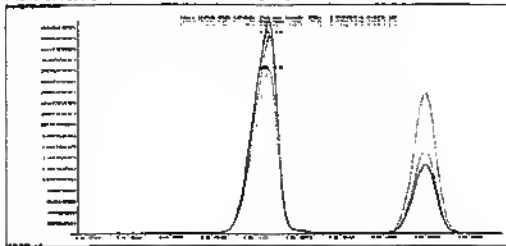
Etiocholanolone AC



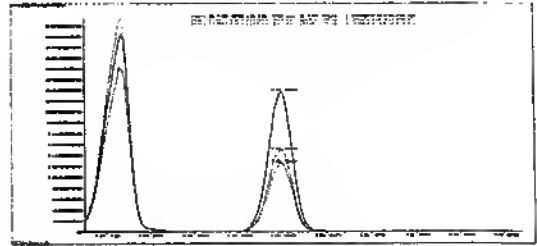
Androsterone AC



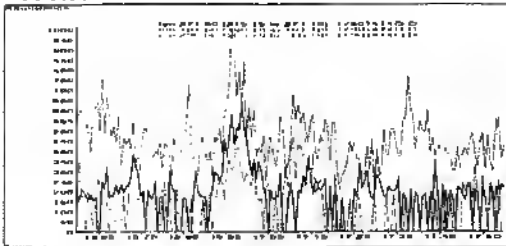
5b Androstan 3a 17b diol diAC



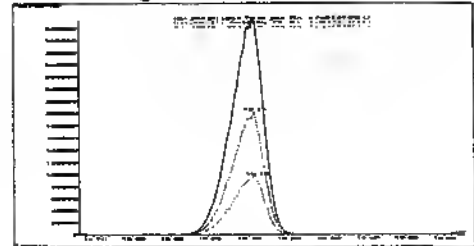
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



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

Echantillon :

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

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

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

Calcul des abondances en : Tabulation:  Surface:  Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10.7	10.68	10.67	10.67
Fichier	0408MixAc01	17807474f1	17807474f3	17807474f3

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	17.09	1.597	100	81.9	60.2	17.05	1.596	100	78.2	61.2
Tolérance basse	16.92	1.581		71.9	50.2					
Tolérance haute	17.26	1.613		91.9	70.2					

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

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14.37	1.343	100	63.0	38.0	14.37	1.346	100	61.9	35.7
Tolérance basse	14.23	1.330		53.0	30.4					
Tolérance haute	14.51	1.356		73.0	45.6					

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

Substance caractérisée : Androstérone AC

Fichier : 17807474E2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14.63	1.368	100	42.7	30.1	14.63	1.371	100	42.6	29.0
Tolérance basse	14.48	1.354		34.2	24.1					
Tolérance haute	14.78	1.382		51.2	36.1					

Concordance des Tr :                      oui  X      non

Concordance des Trr :                    oui  X      non

Concordance globale des abondances relatives :    oui  X      non

Substance caractérisée : 5b Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier : 17807474F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15.19	1.420	100	90.8	76.4	15.14	1.418	100	91.0	76.9
Tolérance basse	15.04	1.406		80.8	66.4					
Tolérance haute	15.34	1.434		100.8	86.4					

Concordance des Tr :                      oui  X      non

Concordance des Trr :                    oui  X      non

Concordance globale des abondances relatives :    oui  X      non

Substance caractérisée : 5a Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier : 17807474F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15.58	1.457	100	57.8	49.5	15.50	1.452	100	59.6	49.9
Tolérance basse	15.42	1.442		47.8	39.6					
Tolérance haute	15.74	1.472		67.8	59.4					

Concordance des Tr :                      oui  X      non

Concordance des Trr :                    oui  X      non

Concordance globale des abondances relatives :    oui  X      non

Substance caractérisée : 5b Prégnane-3a,20a-diol diAC

Fichier : 17807474F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19.21	1.796	100	56.3	28.0	19.12	1.791	100	56.1	27.3
Tolérance basse	19.02	1.778		46.3	22.4					
Tolérance haute	19.40	1.814		66.3	33.6					

Concordance des Tr :                      oui  X      non

Concordance des Trr :                    oui  X      non

Concordance globale des abondances relatives :    oui  X      non

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

Substance caractérisée :

Fichier :

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

Concordance des Tr : oui  non

Concordance des Trr : oui  non

Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée :

Fichier :

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

Concordance des Tr : oui  non

Concordance des Trr : oui  non

Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Paraphe et code opérateur :

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes : oui  non

Paraphe et code opérateur :

Observations :

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



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

Numéro d'identification de l'appareil : H5022

Date : 04/08/06

**1 - Source d'ionisation**

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

Observations :

**2 - Etanchéité du système**

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

Observations :

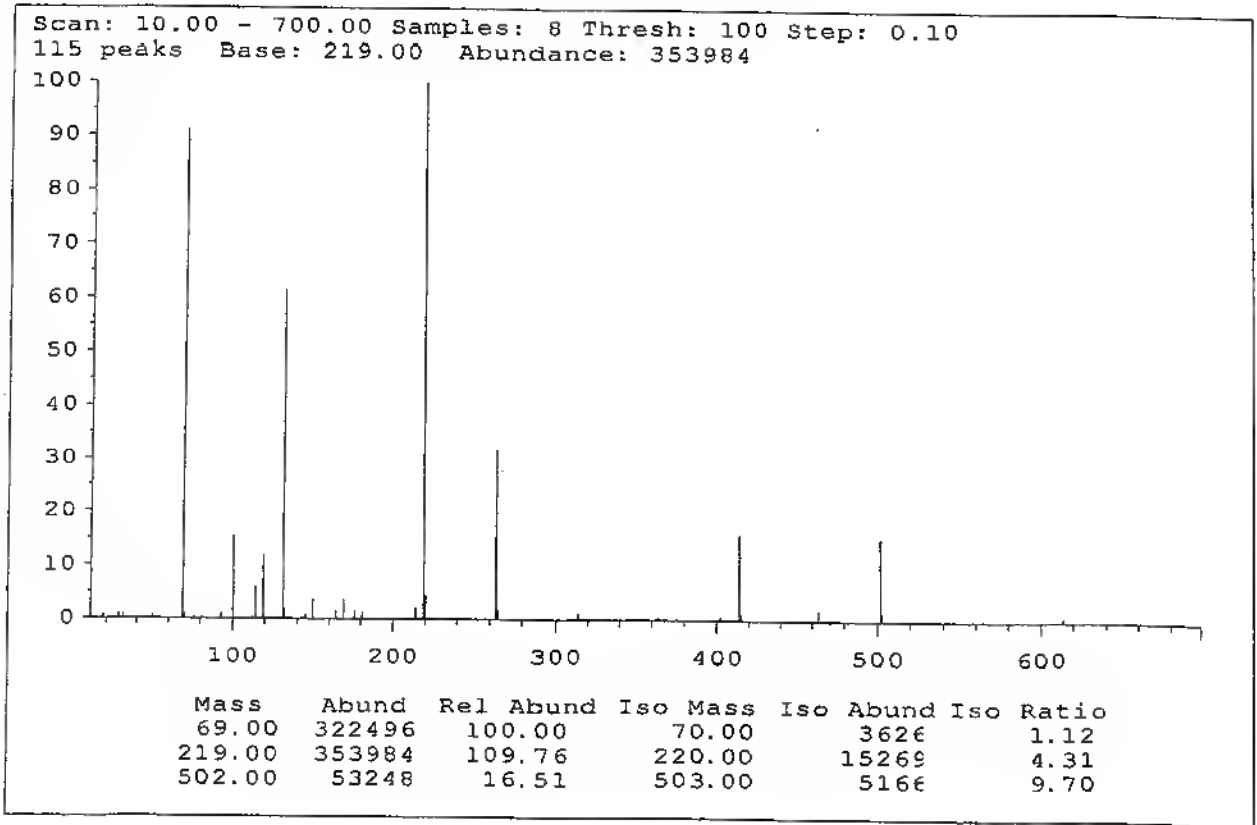
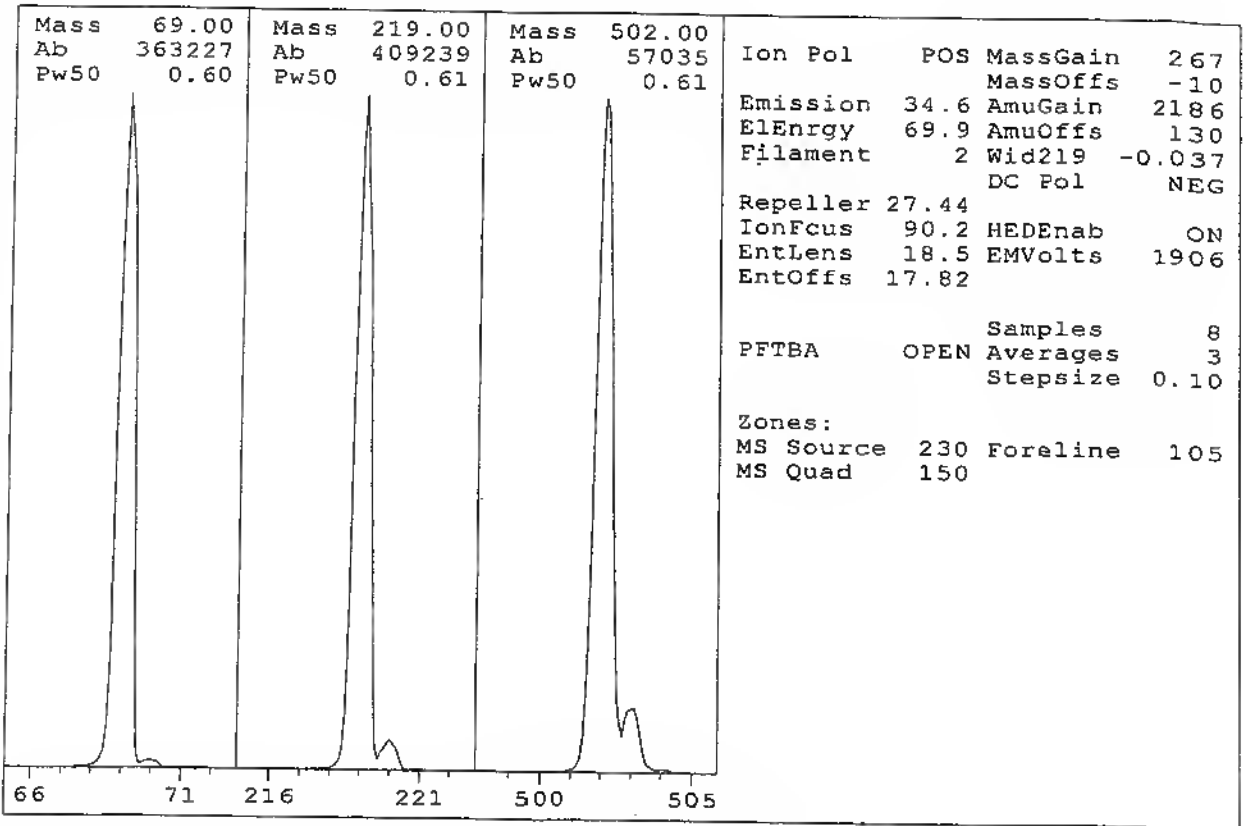
**3 - Sensibilité**

		Oui	Non
Screening	Recal / Mix conforme	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Conf	TP conforme – Fichier : 040806_AE_01	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme – Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme – Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	TP conforme – Fichier :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

Code opérateur et paraphe : *ACef*

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



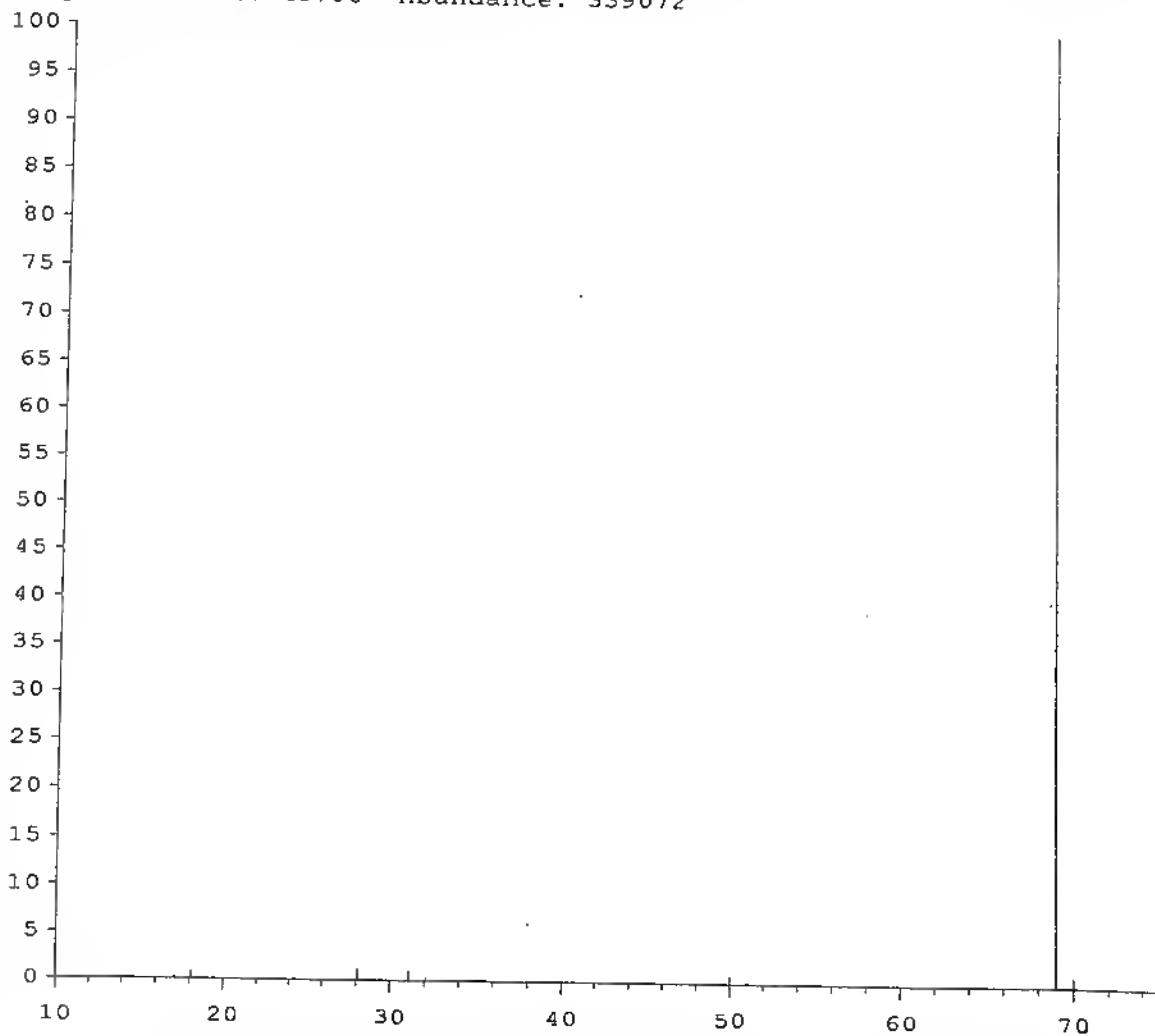
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Fri Aug 04 08:27:34 2006

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
 69 peaks Base: 69.00 Abundance: 339072



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	339072	100.00	70.00	3659	1.08
18.10	2819	0.83	19.00	32	1.14
28.10	4239	1.25	29.00	101	2.38

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.83	Water%
28/69 = 1.25	Nitrogen%
32/69 = 0.43	Oxygen%
44/69 = 0.06	Carbon Dioxide%
28/18 = 150.37	Nitrogen/Water%