

Sommaire

Une validation quantitative de la méthode de screening et de confirmation du profil stéroïdien, composé de six stéroïdes anabolisants androgènes endogènes (testostérone (T), épitestostérone (E), androstérone (Andro), étiocholanolone (Etio), 5 α Adiol et 5 β Adiol), est requise du fait que le LAD a acquis deux nouveaux instruments de GC-MS dotés d'une source extractrice d'ions, plus sensible. La méthode va être adaptée afin de mettre au point une procédure commune. Actuellement, les procédures se différencient par le nombre de calibrateurs, le standard interne et le solvant d'extraction. Le tout est soumis aux normes édictées par l'Agence Mondiale Antidopage (AMA).

Les résultats obtenus sont très bons. La méthode est robuste, précise et exacte. La linéarité est bonne sur de grands intervalles de concentrations pour les six substances. Les limites de détections et de quantifications définies sont plus qu'acceptables (LOQ : T 0.5 ng/ml, E 1 ng/ml, Andro et Etio 50 ng/ml, 5 α Adiol et 5 β Adiol 10 ng/ml). L'incertitude de mesure combinée relative est dans les normes requises de l'AMA, pour le screening et la confirmation, pour les six substances. La stabilité est de six jours à 4°C et il n'y a pas de carry-over. La mise en place d'une calibration à deux points pour la procédure commune montre des premiers résultats concluants.

Les résultats obtenus avec les nouvelles sources sont très satisfaisants et démontrent une bonne sensibilité. Les hypothèses de départ sont confirmées : les substances donnent une réponse linéaire et la similitude des solvants est démontrée. Les profils stéroïdiens pourront être confirmés dans la méthode de screening, ce qui amènera un gain de temps considérable.

Mots-clés : GC-MS ; source extractrice d'ion ; profil stéroïdien ; validation ; screening ; confirmation ; Agence Mondiale Antidopage ; incertitude de mesure ; LOD ; LOQ

Abstract

Quantitative validation of the steroid profile screening and confirmation method, composed of six endogenous androgenic anabolic steroids (testosterone (T), epitestosterone (E), androsterone (Andro), etiocholanolone (Etio), 5 α Adiol et 5 β Adiol), is required because the LAD has acquired two new GC-MS instruments with an extractor ion source, more sensitive. The method will be adapted to develop a common procedure. Currently, the procedures are differentiated by the number of calibrators, the internal standard and the extraction solvent. Everything is subject to the standards issued by the World Anti-Doping Agency (WADA).

The results obtained are very good. The method is robust and accurate. Linearity is good over large concentration ranges for the six substances. The defined detection and quantification limits are more than acceptable (LOQ: T 0.5 ng/ml, E 1 ng/ml, Andro and Etio 50 ng/ml, 5 α Adiol et 5 β Adiol 10 ng/ml). Relative measurement uncertainty is in the required WADA standards for screening and confirmation for all six substances. The stability is six days at 4°C and there is no carry-over. The implementation of a two-point calibration for the common procedure shows first conclusive results.

The results obtained with the new sources are very satisfactory, and show good sensitivity. The initial hypotheses are confirmed : the substances give a linear response and the similarity of the solvents is demonstrated. The steroid profiles can be confirmed in the screening method, which will save considerable time.

Key words: GC-MS ; extractor ion source ; steroid profile ; validation ; screening ; confirmation ; World Anti-Doping Agency ; measurement uncertainty ; LOD ; LOQ