測定モード：選択反応検出法

設定質量数：*m*／*z*　127→85（メラミン定量イオン）

m／*z*　127→68（メラミン確認イオン）

m／*z*　130→87（内部標準物質メラミン—$^{15}N_3$定量イオン）

内部標準液の調製　メラミン—$^{15}N_3$標準品0.005ｇ（0.0045～0.0054ｇ）を量り、水・アセトニトリル混液（１：１）を加えて溶かし、50mLの全量フラスコに入れ、更に水・アセトニトリル混液（１：１）を標線まで加えて50mLとし、内部標準原液とする。内部標準原液の一定量に水・アセトニトリル混液（１：１）を加え、１mL中に10μgを含有するように正確に希釈する。

エチレンジアミン—Ｎ—プロピルシリル化シリカゲルミニカートリッジカラム　ポリプロピレン製のカラム管にエチレンジアミン—Ｎ—プロピルシリル化シリカゲル500mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。

強酸性陽イオン交換体ミニカートリッジカラム　ポリプロピレン製のカラム管に強酸性陽イオン交換体500mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。

水分　1.0％以下（直接滴定）

定量法　本品約10mgを0.01mgの桁まで量り、その数値を記録し、水約200mLを加え、必要に応じて超音波処理して溶かし、250mLの全量フラスコに入れ、更に水を標線まで加えて250mLとし、必要に応じてメンブランフィルター（0.45μm）を用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。この溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。得られたクロマトグラムからグアニジノ酢酸のピーク面積を測定し、別に求める検量線によりグアニジノ酢酸濃度を求め、含量を算出する。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：200nm）

カラム：内径4.6mm、長さ250mmのステンレス管に粒径５μmのポリマー系親水性相互作用クロマトグラフ用充填剤を充填する。

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水・アセトニトリル混液（３：７）

流量：毎分約1.0mL

検量線の作成

グアニジノ酢酸標準品約25mgを0.01mgの桁まで量り、その数値を記録し、水約200mLを加えて溶かし、必要に応じて超音波処理して溶かし、250mLの全量フラスコに入れ、更に水を標線まで加えて250mLとし標準原液とする。標準原液の一定量に水を加え、１mL中に１μg、３μg、10μg及び50μgを含有する