



Application Note AN-V-241

Fe(II)/Fe(III) speciation in iron citrate capsules by voltammetry

Fast iron speciation analysis with the Multi-Mode Electrode pro in complex citrate matrices

Iron citrate is used in food, pharmaceutical, and technical applications, where both total iron concentration and iron speciation (Fe(II) and Fe(III)) analysis are critical quality attributes. Citrate is an important ligand and efficient complexing agent in aqueous media, forming multiple Fe complexes rather than a single defined compound. Iron's oxidation state changes due to oxidation–reduction processes, light exposure, and oxygen ingress, directly affecting product stability and performance in biologically

relevant formulations. Conventional methods (e.g., mass spectrometry, ICP) do not directly resolve Fe species or oxidation states without additional sample preparation. Voltammetry offers a direct and robust approach for iron citrate speciation, enabling selective determination of Fe(II) and Fe(III) in complex citrate matrices. By applying standard addition from defined stock solutions, matrix effects are efficiently compensated, allowing reliable quantification of individual iron forms.

SAMPLE

Commercially available iron citrate capsules were used, with 20 mg iron per capsule.

EXPERIMENTAL

The content of the iron citrate capsule is dissolved in acidic solution. The dissolved sample is added to a vessel (Figure 1) filled with purged electrolyte. Quantification is done using two standard additions with separate Fe(II) and Fe(III) solutions to both prevent oxidation and adapt to varying Fe(II) and Fe(III) concentrations.

- **Electrode:** Multi-Mode Electrode pro



Figure 1. 884 Professional VA manual for MME.

Table 1. Parameters for Fe(II) and Fe(III) analysis with the Multi-Mode Electrode pro.

Parameter	Setting
Mode	DME
Start potential	0.0 V
End potential	-1.5 V
Sweep rate	30 mV/s
Peak potential Fe(II)	-0.25 V
Peak potential Fe(III)	-0.8 V

RESULTS

The determined recovery rate for the total iron content in iron citrate capsule is 102%.

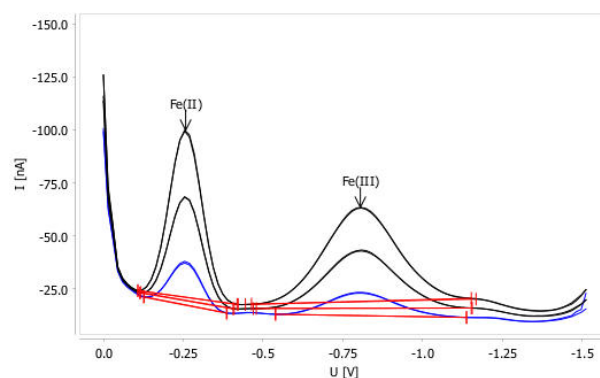


Figure 2. Determination of Fe(II) and Fe(III) in an iron citrate capsule ($\beta(\text{Fe(II)}) = 16.77 \text{ mg/L}$ and $\beta(\text{Fe(III)}) = 15.69 \text{ mg/L}$). Expected total Fe content: 31.84 mg/L. Determined total Fe content: 32.46 mg/L.

Table 2. Results of the determination of Fe(II) and Fe(III) in iron citrate capsules.

Sample	Fe(II) (mg/L)	Fe(III) (mg/L)
Check standard solution 1 g/L	1003	928
Sample (mean value of three determinations)	16.03	16.51

Internal reference: AW VA CH-0646-032026

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



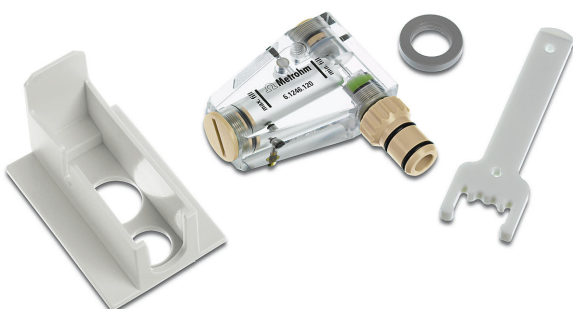
884 Professional VA manual für Multi-Mode-Elektrode (MME)

884 Professional VA manual für Multi-Mode-Elektrode (MME) ist das Einstiegsgerät in die High-End-Spurenanalytik mit Voltammetrie und Polarographie mit der Multi-Mode-Elektrode pro, der scTRACE Gold oder der Bismut-Tropfenelektrode. Die bewährte Metrohm-Elektrodentechnik in Kombination mit einem leistungsfähigen Potentiostaten/Galvanostaten und der extrem flexiblen viva-Software eröffnet neue Perspektiven für die Bestimmung von Schwermetallen. Der Potentiostat mit zertifiziertem Kalibrator justiert sich vor jeder Messung automatisch neu und garantiert höchstmögliche Präzision.

Mit dem Gerät können auch Bestimmungen mit rotierenden Scheibenelektroden durchgeführt werden, zum Beispiel Bestimmungen von organischen Additiven in galvanischen Bädern mit «Cyclic Voltammetric Stripping» (CVS), «Cyclic Pulse Voltammetric Stripping» (CPVS) und Chronopotentiometrie (CP). Der austauschbare Messkopf ermöglicht den schnellen Wechsel zwischen den verschiedenen Applikationen mit unterschiedlichen Elektroden.

Zur Steuerung, Datenerfassung und -auswertung wird die Software **viva** benötigt.

Das 884 Professional VA manual für MME wird mit umfangreichem Zubehör und Messkopf für die Multi-Mode-Elektrode pro geliefert. Elektrodensatz und **viva**-Lizenz sind separat zu bestellen.



Multi-Mode-Elektrode pro

Quecksilberelektrode für die Voltammetrie. Kann als DME, SMDE oder HMDE betrieben werden.