



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%.

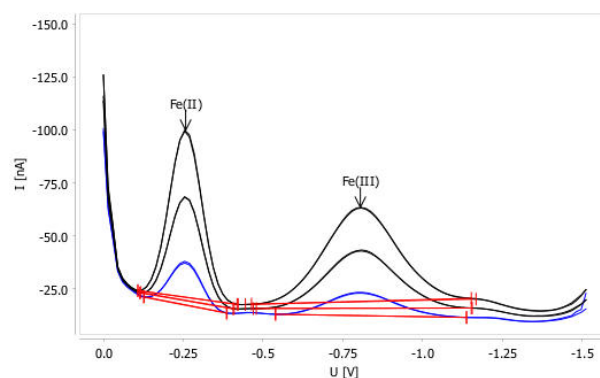


Figure 2. Determination of Fe(II) and Fe(III) in an iron citrate capsule ($\beta(\text{Fe(II)}) = 16.77 \text{ mg/L}$ and $\beta(\text{Fe(III)}) = 15.69 \text{ mg/L}$). Expected total Fe content: 31.84 mg/L . Determined total Fe content: 32.46 mg/L .

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 Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



884 Professional VA manual pour électrode Multi Mode (MME)

Le 884 Professional VA manual pour électrode Multi Mode (MME) représente l'appareil d'entrée de gamme pour les analyses de traces high-end avec la voltampérométrie et la polarographie à l'aide de l'électrode Multi Mode pro, du scTRACE Gold ou de l'électrode goutte à goutte au bismuth. La technique éprouvée des électrodes de Metrohm associée à un potentiostat/galvanostat performant et le logiciel viva extrêmement flexible fait entrevoir de nouvelles perspectives pour la détermination des métaux lourds. Le potentiostat avec un calibrateur certifié se réajuste avant chaque mesure automatiquement et garantit la plus grande exactitude possible.

Cet appareil permet également des déterminations à l'aide d'électrodes à disque tournantes, par exemple des déterminations d'additifs organiques dans des bains galvaniques avec la voltampérométrie cyclique inverse (Cyclic Voltammetric Stripping = CVS), la voltampérométrie cyclique inverse pulsée (Cyclic Pulse Voltammetric Stripping = CPVS) et la chronopotentiométrie (CP). La tête de mesure amovible permet de passer rapidement d'une application à l'autre avec différentes électrodes.

Le logiciel **viva** est nécessaire pour contrôler, collecter et évaluer les données.

Le 884 Professional VA manual pour MME est livré avec de nombreux accessoires et une tête de mesure pour l'électrode Multi Mode pro. Le jeu d'électrodes et la licence **viva** doivent être commandés séparément.

Électrode Multi Mode pro

Électrode au mercure pour la voltampérométrie. Peut être utilisée comme DME, SMDE ou HMDE.

