

# 超声辅助离子液体/阴离子表面活性剂双水相萃取虎杖中的虎杖苷和白藜芦醇

冯吉, 李吉龙, 马睿, 马金鹏, 王家琳, 孙坤, 王志兵

(长春工业大学化学与生命科学学院, 吉林长春 130012)

**摘要:** 将超声辅助离子液体/阴离子表面活性剂双水相萃取和高效液相色谱法相结合, 建立一种简单、绿色、高效的分析方法用于检测虎杖中的虎杖苷和白藜芦醇。本研究以水溶性离子液体为萃取剂, 以阴离子表面活性剂为成相盐, 在超声的辅助作用下, 目标分析物被萃取于离子液体中。实验结果表明, 最佳提取条件为: 以 400  $\mu\text{L}$  1-丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐为萃取剂, 0.16 g 十二烷基苯磺酸钠为成相盐, 样品溶液 pH 7.0, 超声时间 20 min, 超声功率 160 W。各化合物在线性范围内都具有良好的线性关系( $r>0.9995$ ), 日内和日间精密度分别低于 3.27% 和 6.31%, 检出限和定量限分别为 2.8~12.3 和 9.4~41.1 ng/mL, 样品加标回收率在 86.88~94.13% 之间。本研究采用离子液体代替传统的有机溶剂作为萃取剂, 集提取、分离和纯化于一体, 具有操作简单、溶剂用量少、提取时间短等优点, 可广泛应用于中药活性成分的提取与分析。

**关键词:** 双水相萃取; 虎杖苷; 白藜芦醇; 高效液相色谱; 虎杖

文章篇号: 1673-9078(2018)06-162-167

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2018.6.022

## Extraction of Polydatin and Resveratrol from *Polygonum Cuspidatum* by Ultrasound-Assisted Ionic Liquid/Anionic Surfactant Aqueous Two-Phase

FENG Ji, LI Ji-long, MA Rui, MA Jin-peng, WANG Jia-lin, SUN Kun, WANG Zhi-bing

(College of Chemistry and Life Science, Changchun University of Technology, Changchun 130012, China)

**Abstract:** A simple, green and efficient method for the determination of polydatin and resveratrol in *Polygonum Cuspidatum* was established by the ultrasound-assisted ionic liquid / anionic surfactant aqueous two-phase extraction coupled with high performance liquid chromatography. In this study, the water-soluble ionic liquid was used as the extraction solvent and the anionic surfactant was used as the salt phase, and the target analyte was extracted into the sample solution with the aid of ultrasound. The experimental results showed that the optimum extraction conditions: 400  $\mu\text{L}$  of [C<sub>4</sub>MIM][BF<sub>4</sub>] was used as extraction solvent, 0.16 g of sodium dodecylbenzenesulfonate (SDBS) was used as salt phase, the pH of sample solution was 7.0, and the analyte was extracted for 20 min at 160 W. All the compounds had good linearity in the linear range ( $r>0.9995$ ), and the RSDs of intra-day and inter-day precision were lower than 3.27% and 6.31%, respectively. The limits of detection (LOD) and quantification (LOQ) were 2.8~12.3 and 9.4~41.1 ng/mL, respectively, and the spiked recoveries were between 86.88% and 94.13%. In this study, ionic liquid was used as an extraction agent (instead of traditional organic solvent), which combined extraction, concentration, purification and separation. The proposed method has the advantage of simple experiment operation, less solvent consumption and short extraction time, which could be widely used in the extraction and analysis of active components in traditional Chinese medicine in the future.

**Key words:** aqueous two-phase extraction; polydatin; resveratrol; high performance liquid chromatography (HPLC); *Polygonum cuspidatum*

虎杖为蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. 的干燥根茎<sup>[1,2]</sup>, 是我国著名的传统中药,

收稿日期: 2018-01-25

基金项目: 国家自然科学基金青年科研基金项目 (51703012); 国家级大学生创新创业训练计划项目 (201710190039)

作者简介: 冯吉 (1995-), 男, 学士, 研究方向: 食品分析

通讯作者: 王志兵 (1982-), 男, 博士, 副教授, 研究方向: 食品分析

具有利胆、止痛、散瘀、解毒、化痰和消炎等多种功效<sup>[2,3]</sup>。虎杖中含有蒽醌、多酚、蒽酮、多糖、鞣质、酚酸和游离氨基酸等多种活性成分<sup>[4-6]</sup>。据《中国药典》

(2015 版)报道, 虎杖苷是虎杖中的主要标志性成分, 有抗肿瘤, 抗氧化、抗自由基, 保护肝脏和治疗心血管病等作用<sup>[3]</sup>。因此, 建立一种简单、高效、绿色的分析方法检测虎杖中的有效成分, 对于中药虎杖及其

医药产品的质量控制具有重要意义。

目前, 常用于检测虎杖中虎杖苷和白藜芦醇的方法主要有紫外分光光度法<sup>[7]</sup>、毛细管电泳法<sup>[8]</sup>、定量核磁共振波谱法<sup>[9]</sup>和高效液相色谱法<sup>[10,11]</sup>等, 由于高效液相色谱法具有分离效率高、选择性好、检测灵敏度高、操作自动化等优点, 常用于中药有效成分的分离和检测。常用于中药活性成分的提取方法主要有热回流提取法<sup>[12,13]</sup>、微波提取法<sup>[14~16]</sup>、超声波提取法<sup>[17~19]</sup>、超临界流体萃取法<sup>[20]</sup>和碱提酸沉法<sup>[21]</sup>等。但上述方法不仅需要易挥发的有机溶剂, 而且处理过程费时费力。

离子液体是在室温下一种呈液态的熔融盐, 它由有机阳离子和无机或有机阴离子组成。离子液体无味、不燃、挥发性低, 化学稳定性和热稳定性良好<sup>[22]</sup>, 且对有机或无机化合物具有良好的溶解性<sup>[23]</sup>, 所以离子液体常代替传统有机溶剂用于提取分离等领域<sup>[24]</sup>。由于离子液体与阴离子表面活性剂之间存在静电相互作用, 在一定浓度条件下导致两者的混合溶液自发的形成互不相容的两相, 即双水相体系<sup>[25]</sup>。因此, 本研究首次采用超声辅助的离子液体/阴离子表面活性剂双水相体系提取虎杖样品中的虎杖苷和白藜芦醇, 并通过高效液相谱对目标分析物进行定量分析与检测。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

六种虎杖样品分别购于当地不同药房(吉林长春)。样品粉碎后过120目筛, 于60℃下烘干至恒重, 备用。标准品虎杖苷和白藜芦醇, 购于美国Sigma公司, 并使用甲醇配制成浓度为500 μg/mL的标准储备液。色谱级甲醇, 购于美国Fisher公司; 1-丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐([C<sub>4</sub>MIM][BF<sub>4</sub>])、1-己基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐([C<sub>6</sub>MIM][BF<sub>4</sub>])、1-辛基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐([C<sub>8</sub>MIM][BF<sub>4</sub>])购于上海成捷化学有限公司; 十二烷基苯磺酸钠(SDBS), 购于国药集团化学试剂有限公司; 其余试剂均为分析纯, 购于北京化工厂。

### 1.2 仪器与设备

1100型高效液相色谱仪配有二极管阵列检测器, 美国Agilent公司; Zorbax SB-C18色谱柱(5 μm, 4.6

$$\text{提取率} (\text{mg/g}) = \frac{\text{样品中目标化合物的质量 (mg)}}{\text{样品质量 (g)}} = \frac{C (\mu\text{g/mL}) \times V (\text{mL})}{\text{样品质量 (g)}} \times 10^{-3} \quad (1)$$

注: C为样品提取液中目标化合物的浓度(μg/mL), V为样品提取液的体积(mL)。

$$\text{回收率} (\%) = \frac{\text{检出量 (mg/g)} - \text{初始量 (mg/g)}}{\text{加标量 (mg/g)}} \times 100 \quad (2)$$

mm×150 mm I.D.), 美国Agilent公司; C18预保护柱(5 μm, 7.5 mm×2.1 mm I.D.), 美国Agilent公司; KQ5200DE数控超声波清洗器, 江苏昆山超声仪器有限公司; Allegra 5430R高速冷冻离心机, 德国Eppendorf公司。

### 1.3 超声辅助离子液体/阴离子表面活性剂双水相萃取

准确称取0.01 g虎杖样品于10 mL离心管中, 同时加入4 mL超纯水(pH 7.0)和400 μL离子液体, 手动振摇30 s, 混合均匀后, 加入SDBS 0.16 g, 涡旋混合2 min, 并于30 ℃下超声提取20 min(160 W, 40 Hz), 然后以3000 r/min的转速离心20 min, 此时形成双水相, 准确读取上相(离子液体相)体积, 并吸取10 μL过0.22 μm滤膜, 进行色谱分析。具体的操作流程如图1所示。

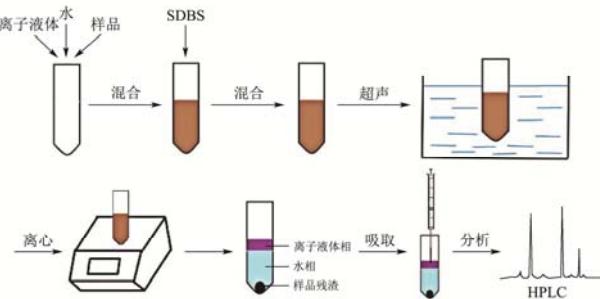


图1 超声辅助离子液体/阴离子表面活性剂双水相萃取流程图

Fig.1 Procedure of ultrasound-assisted ionic liquid / anionic surfactant aqueous two-phase extraction

### 1.4 色谱条件

流动相由甲醇(A)-水(B)组成, 梯度洗脱: 0~6 min, 38%A; 6~12 min, 38~70%A; 12~22 min, 70%A; 22~25 min, 70~38%A; 25~35 min, 38%A。流动相流速0.5 mL/min, 进样量10 μL, 柱温35 ℃, 检测波长306 nm。

### 1.5 数据统计分析

提取率计算公式见公式(1), 回收率计算见公式(2)。本方法精密度以相对标准偏差(RSD)表示。所有实验数据用Origin 8.0软件进行统计分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 萃取条件的优化

#### 2.1.1 离子液体的选择

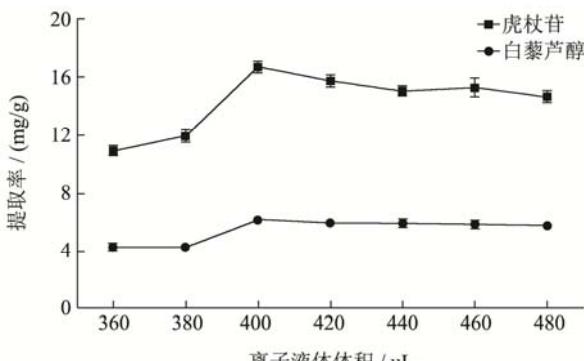


图 2 离子液体的体积对提取率的影响

Fig.2 Effects of ionic liquid volume on the extraction yield

离子液体的结构和组成是影响溶液双水相行为的关键因素。当 SDBS 用量为 0.16 g 时, 考察了三种离子液体 $[\text{C}_4\text{MIM}][\text{BF}_4]$ 、 $[\text{C}_6\text{MIM}][\text{BF}_4]$ 、 $[\text{C}_8\text{MIM}][\text{BF}_4]$ 对相分离的影响。实验结果表明, 当选用 $[\text{C}_6\text{MIM}][\text{BF}_4]$  和 $[\text{C}_8\text{MIM}][\text{BF}_4]$ 作为离子液体时, 随着离子液体浓度的增加, 样品溶液始终保持澄清状态。

当选用 $[\text{C}_4\text{MIM}][\text{BF}_4]$ 作为萃取剂时, 随离子液体浓度的增加, 溶液中出现四种相行为: (1) 当离子液体用量低于 320  $\mu\text{L}$  时, 溶液保持澄清状态, 为均相溶液; (2) 随离子液体体积增加, 溶液的黏度不断增加, 当离子液体用量为 360  $\mu\text{L}$  时, 开始出现分相界面, 即双水相; (3) 当离子液体用量为 400  $\mu\text{L}$  时, 上相体积达到 0.5 mL, 此时目标分析物的提取率达到最大值; 这可能与离子液体和目标分析物之间存在较强的  $\pi-\pi$  堆积、静电和疏水相互作用有关; (4) 当离子液体体积继续增加时, 双水相体系的上相体积不断增加, 提取率则无明显变化。从节约溶剂和富集倍数的角度考虑, 本研究选择 400  $\mu\text{L} [\text{C}_4\text{MIM}][\text{BF}_4]$  为萃取溶剂。离子液体体积对目标分析物提取率的影响见图 2。

#### 2.1.2 SDBS 用量

当 $[\text{C}_4\text{MIM}]\text{BF}_4$ 的体积为 400  $\mu\text{L}$  时, 考察 SDBS 质量 (0.08~0.20 g) 对目标分析物提取率的影响 (见图 3)。当 SDBS 用量从 0.02 g 增加到 0.06 g 时, 溶液的黏度逐渐增加; 当 SDBS 用量达到 0.08 g 时, 双水相体系形成; 当 SDBS 用量从 0.08 g 增加至 0.16 g 时, 目标分析物提取率达到最大值; 当 SDBS 用量高于 0.2 g 时, 相分离界面消失, 形成均相溶液。因此, 本研究选择 SDBS 用量为 0.16 g。

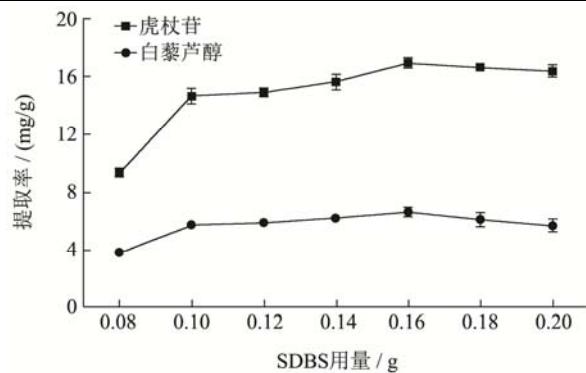


图 3 SDBS 的用量对提取率的影响

Fig.3 Effect of amount of SDBS on extraction yields

#### 2.1.3 样品溶液的 pH 值

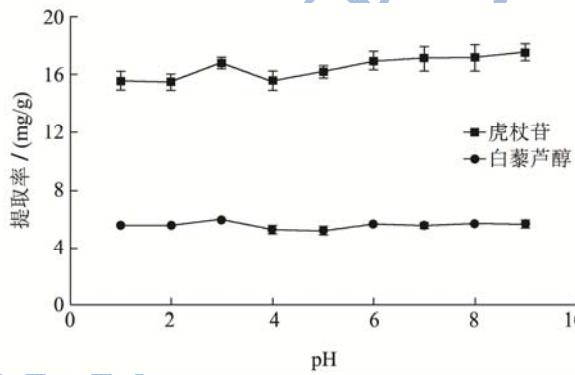


图 4 样品溶液的 pH 值对提取率的影响

Fig.4 Effects of pH value on the extraction yield

溶液的 pH 值会影响目标分析物的电离状态和溶解度。所以, 本研究考察了溶液 pH (1~11) 值对虎杖苷和白藜芦醇提取率的影响。实验结果如图 4 所示, 当溶液 pH<10 时, 目标分析物的提取率基本不变, 而溶液颜色随 pH 值的增加而加深, 当 pH>11 时, 双水相上相体积大幅增加, 富集倍数减小, 并有白色沉淀产生。为了便于操作, 本研究选择样品溶液 pH 7.0。

#### 2.1.4 超声时间

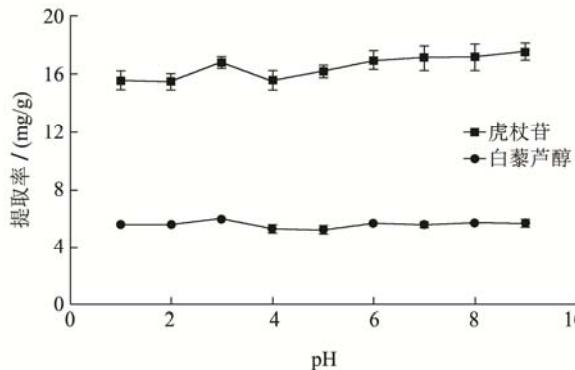


图 5 超声时间对提取率的影响

Fig.5 Effects of ultrasound time on the extraction yield

超声波不仅能击碎植物细胞壁, 增加提取溶剂的穿透能力, 提高萃取效率, 而且能增大分子运动频率

和速度，利于双水相体系的形成。因此，本研究考察了当超声功率为 160 W 时，超声时间（0、5、10、15、20、30、40 min）对目标化合物提取率的影响。

实验结果表明，当不使用超声时，体系的分相时间大大增加，目标分析物的提取率最低。随超声时间的增加，下相越来越澄清，体系的分相时间则大大减少，从图 5 中可以看出，当超声时间达到 20 min 时，双水相体系分相界面清晰，目标物提取率最高。所以，本研究选择超声时间为 20 min。

### 2.1.5 超声功率

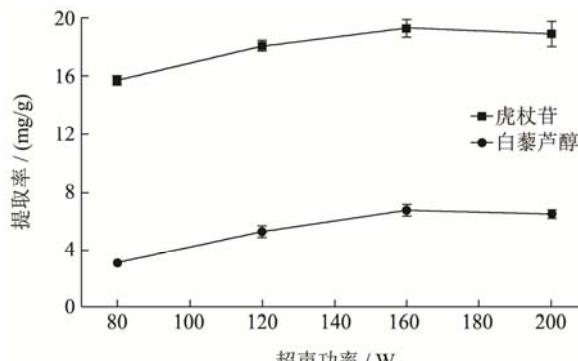


图 6 超声功率对提取率的影响

**Fig.6 Effects of ultrasound powder on the extraction yield**

从图 6 可以看出，目标分析物的提取率随超声功率的增加不断升高，当超声时间为 20 min，超声功率为 160 W 时，目标分析物提取效果最好。因此，本研

究选择超声功率为 160 W。

## 2.2 方法评价

### 2.2.1 分析性能

配制含有虎杖苷和白藜芦醇的一系列浓度的标准溶液，在最佳色谱条件下分析样品，以分析物浓度（C）为横坐标，以峰面积（A）为纵坐标，绘制标准曲线。实验结果表明，各目标化合物在线性范围内具有良好的线性关系，相关系数  $r>0.9995$ ；检出限（LOD）和定量限（LOQ）分别为 2.8~12.3 和 9.4~41.1 ng/mL。通过 1 d 内连续的分析 5 次虎杖样品所得到提取率的相对标准偏差（RSD）为日内精密度。通过连续分析 5 d、每天分析一次虎杖样品所得到提取率的相对标准偏差（RSD）为日间精密度。实验结果表明，各目标化合物的日内和日间精密度分别为 2.81~3.27 和 4.67~6.31% 之间。因此，本研究方法的重现性是令人满意的。

### 2.2.2 回收率

为了研究本方法的准确度，本实验分析了加标样品的回收率。结果表明，目标化合物回收率为 86.88~94.13%，其相对标准偏差均低于 6.77%，这表明本法具有满意的回收率和精密度，可用于中药活性成分的提取与检测。为了评价本方法的适用性，本研究对不同产地的虎杖样品进行了分析。

表 1 分析性能

**Table 1 Analytical performance**

分析物	回归方程	相关系数	线性范围 / ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ )	检出限 / (ng/mL)	定量限 / (ng/mL)	日内精密度 (RSD, %, n=5)	日间精密度 (RSD, %, n=5)
虎杖苷	$A = 25.94 c - 4.83$	0.9996	0.06~30.40	12.30	41.10	2.81	6.31
白藜芦醇	$A = 56.60 c - 12.72$	0.9995	0.01~60.01	2.80	9.40	3.27	4.67

表 2 化合物的回收率

**Table 2 Recovery of chemical compounds**

分析物	初始量/(mg/g)	加标量/(mg/g)	检出量/(mg/g)	回收率/%	RSD(%), n=5
虎杖苷	16.91	14.57	30.05	90.19	4.25
		6.48	22.54	86.88	5.13
白藜芦醇	6.11	5.96	11.72	94.13	6.77
		2.87	8.65	88.50	5.90

表 3 不同产地样品中虎杖苷和白藜芦醇的含量

**Table 3 The content of polydatin and resveratrol in samples from different habitats**

分析物	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6
虎杖苷/(mg/g)	16.92±3.81	27.29±4.49	37.78±3.49	21.94±0.98	21.90±1.63	19.36±1.24
白藜芦醇/(mg/g)	6.01±3.29	2.77±3.14	3.43±2.11	6.06±2.01	1.56±2.00	3.61±1.36

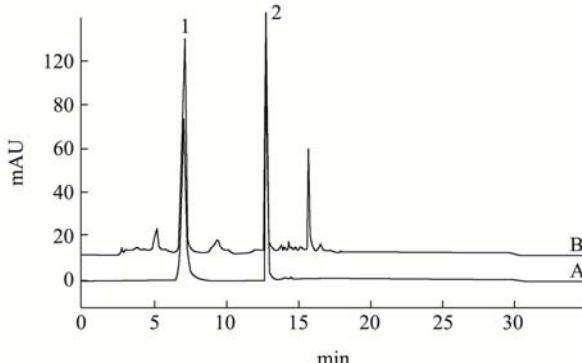


图 7 标准溶液(A) 和样品提取液(B) 色谱图

**Fig.7 Chromatograms of the standard solution (A) and the sample extract (B)**

注: (1)虎杖苷, (2)白藜芦醇。

实验结果如表 3 所示, 样品中的虎杖苷和白藜芦醇的含量分别为 16.92~37.78 和 1.56~6.06 mg/g。另外, 不同产地虎杖中两种成分的含量也有差异, 这可能是由于光照、气候以及土壤等条件的差异对虎杖中这两种成分有影响。样品色谱图如图 7 所示。

### 3 结论

本研究将超声辅助萃取与离子液体双水相萃取相结合, 建立一种简便、高效、绿色的超声辅助离子液体/阴离子表面活性剂双水相萃取法, 用于提取虎杖中的主要药效成分, 同时采用高效液相色谱法对其进行定量检测。本研究以离子液体代替传统有机溶剂为萃取剂, 避免了有机溶剂的挥发对环境及实验人员的危害。其他方法相比, 本法具有样品用量少、操作简单、绿色环保、提取时间短等优点, 可广泛用于中药中多酚类化合物的提取分析。

### 参考文献

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 中国药典科技出版社, 2015  
Chinese Pharmacopoeia Commission. People's Republic of China Pharmacopoeia [M]. Beijing: National Pharmacopoeia Science and Technology Press, 2015
- [2] 时圣明, 潘明佳, 王文倩, 等. 虎杖的化学成分及药理作用研究进展[J]. 药物评价研究, 2016, 39(2): 317-321  
SHI Sheng-ming, PAN Ming-jia, WANG Wen-qian, et al. Research progress on chemical constituents in roots and rhizomes of *Polygonum Cuspidatum* and their pharmacological activities [J]. Drug Evaluation Research, 2016, 39(2): 317-321
- [3] 刘丹, 汤海峰, 张三奇, 等. 虎杖中有效成分提取方法的研究[J]. 中成药, 2007, 29(4): 516-521  
LIU Dan, TANG Hai-feng, ZHANG San-qi, et al. The optimization of extraction process for effective ingredients in *Polygonum Cuspidatum* [J]. Chinese Traditional Patent Medicine, 2007, 29(4): 516-521
- [4] 王桂芹, 郑玉华, 钱进芳. 虎杖根茎中蒽醌类成分的体外抗氧化活性[J]. 植物资源与环境学报, 2011, 20(2): 43-48  
WANG Gui-qin, ZHENG Yu-hua, QIAN Jin-fang. In vitro antioxidant activity of anthraquinones from rhizomes of *reynoutria japonica* [J]. Journal of Plant Resources and Environment, 2011, 20(2): 43-49
- [5] 翟逸, 刘钦松, 郭宝柱, 等. 白藜芦醇的研究进展[J]. 现代食品, 2017, 8(16): 26-28  
ZHAO Yi, LIU Qin-song, GUO Bao-zhu, et al. Advances in research on resveratrol [J]. Modern Food, 2017, 8(16): 26-28
- [6] 沈忠明, 殷建伟, 袁海波. 虎杖鞣质的降血糖作用研究[J]. 天然产物研究与开发, 2004, 16(3): 220-221  
SHEN Zhong-ming, YIN Jian-wei, YUAN Hai-bo. The hypoglycemic effect of Tannin from *Polygonum Cuspidatum* [J]. Natural Product Research and Development, 2004, 16(3): 220-221
- [7] 郑湘娟, 余淑娟, 徐晓芳, 等. 紫外分光光度法测定虎杖中白藜芦醇的含量[J]. 时珍国医国药, 2008, 19(8): 1881-1882  
ZHENG Xiang-juan, YU Shu-xian, XU Xiao-fang, et al. Determination of resveratrol in *Polygonum Cuspidatum* by UV spectrophotometry [J]. Lishizhen Medicine and Materia Medica Research, 2008, 19(8): 1881-1882
- [8] 陈爽, 周国海, 皮小武. 虎杖中白藜芦醇苷不同检测方法的比较[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(5): 2659-2660  
CHEN Shuang, ZHOU Guo-hai, PI Xiao-wu. Comparison of different methods of polydatin in rhizoma et Radix *Polygonum Cuspidatum* [J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2012, 40(5): 2659-2660
- [9] 禹珊, 郭强胜, 王会琳, 等. 定量核磁共振波谱法同时测定中药虎杖中白藜芦醇和虎杖苷的含量[J]. 分析化学, 2015, 43(1): 69-74  
YU Shan, GUO Qiang-sheng, WANG Hui-lin, et al. Simultaneous determination of resveratrol and polydatin in *Polygonum Cuspidatum* by quantitative nuclear magnetic resonance spectroscopy [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2015, 43(1): 69-74
- [10] 张清风, 付莹娟, 陈继光. 高效液相色谱法同时测定虎杖中五种活性成分[J]. 现代食品科技, 2014, 30(03): 216-219  
ZHANG Qing-feng, FU Ying-juan, CHEN Ji-guang. Simultaneous determination of five bioactive compounds in *Polygonum Cuspidatum* by HPLC [J]. Modern Food Science

- and Technology, 2014, 30(3): 216-219
- [11] WANG Zhi-bing, HU Jian-xue, DU Hong-xia, et al. Microwave-assisted ionic liquid homogeneous liquid- liquid microextraction coupled with high performance liquid chromatography for the determination of anthraquinones in *Rheum Palmatum* L. [J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2016, 5(125): 178-185
- [12] 曾里,袁佩.虎杖蒽醌提取分离方法的优化研究[J].制剂技术,2003,12(9):45-47  
ZENG Li, YUAN Pei. The research of the optimization of extractive and separation of methodin anthraquinones of *Polygonum Cuspidatum* sieb [J]. China Pharmaceuticals, 2003, 12(9): 45-47
- [13] WANG Dong-geng, LIU Wen-ying, CHEN Guang-tong. A simple method for the isolation and purification of resveratrol from *Polygonum Cuspidatum* [J]. Journal of Pharmaceutical Analysis, 2013, 3(4): 241-247
- [14] 王辉,杜惠蓉.微波法从虎杖中提取白藜芦醇工艺[J].绿色技术,2014,7(11):245-246  
WANG Hui, DU Hui-rong. The technology of extracting resveratrol from *Polygonum Cuspidatum* by microwave method [J]. Journal of Green Science and Technology, 2014, 7(11): 245-246
- [15] 孙娟,刘茜,童星,等.微波辅助提取虎杖中白藜芦醇苷[J].中国大学学报,自然科学版,2007,38(4):686-691  
SUN Juan, LIU Qian, TONG Xing, et al. Microwave-assisted extraction method for piceid from *Polygonum Cuspidatum* Sieb et Zucc [J]. Journal of Central South University (Science and Technology), 2007, 38(4): 686-691
- [16] WANG Hui, DONG Yue-sheng, XIU Zhi-long. Microwave-assisted aqueous two-phase extraction of piceid, resveratrol and emodin from *Polygonum Cuspidatum* by ethanol/ammonium sulphate systems [J]. Biotechnology Letters, 2008, 30(12): 2079-2084
- [17] 何云清,王念,胡文.超声波辅助提取虎杖中蒽醌物质研究[J].广州化工,2015,43(17):41-43  
HE Yun-qing, WANG Nian, HU Wen. Study on Ultrasonic-assisted extraction of total anthraquinone from *Polygonum Cuspidatum* [J]. Guangzhou Chemical Industry, 2015, 43(17): 41-43
- [18] ZHAO Rui-zhi, LIU Shao-jun, ZHOU Li-lin. Rapid Quantitative HPLC Analysis, on One Plate, of Emodin, Resveratrol, and Polydatin in the Chinese Herb *Polygonum cuspidatum* [J]. Chromatographia, 2005, 61(11): 311-314
- [19] GAO Fang-yuan, ZHOU Ting-ting, HU Yong-sheng, et al. Cyclodextrin-based ultrasonic-assisted microwave extraction and HPLC-PDA-ESI-ITMSn separation and identification of hydrophilic and hydrophobic components of *Polygonum Cuspidatum*: A Green, rapid and effective process [J]. Industrial Crops and Products, 2016, 80(10): 59-69
- [20] 周锦珂,李金华,葛发欢,等.超临界 CO<sub>2</sub> 萃取虎杖中白藜芦醇的工艺研究[J].中药材,2004,27(9):675-676  
ZHOU Jin-ke, LI Jin-hua, GE Fa-huan, et al. Study on the extraction of resveratrol from *Polygonum cuspidatum* by supercritical CO<sub>2</sub> [J]. Journal of Chinese Medicinal Materials, 2004, 27(9): 675-676
- [21] 尚天翠.碱提酸沉法提取虎杖中白藜芦醇的研究[J].安徽农学通报,2015,21(1):25-28  
SHANG Tian-cui. Study on the extraction of resveratrol from *Polygonum Cuspidatum* by alkali extraction and acid precipitation [J]. Anhui Agricultural Science Bulletin, 2015, 21(1): 25-28
- [22] QING Wen-jing, TEXTER John, YAN Feng. Frontiers in poly (ionic liquids): syntheses and applications [J]. Chemical Society Reviews, 2017, 46(4): 1124-1159
- [23] MOHD Basyaruddin-abdul-rahman, ZATI Ismah-ishak, KHAIRULAZHAR Jumbri, et al. Effect of ionic liquids on oil palm biomass fiber dissolution [J]. Bioresources, 2016, 11(3): 7172-7190
- [24] Wasserscheid Peter, PROF Wilhelm-keim. Ionic liquids-new "solutions" for transition metal catalysis [J]. Angewandte Chemie, 2000, 39(21): 3772-3789
- [25] LWONG Yoong-kit, LAN John-chiwei, LOH Hwei-san, et al. Thermoseparating aqueous two-phase systems: recent trends and mechanisms [J]. Journal of Separation Science, 2016, 39(4): 640-647