

栀子标准汤剂的量值传递规律

胡坪¹, 桑情妮¹, 牛丽源¹, 王凤¹, 孙学志¹, 李军山^{2*}, 高晗²

(1. 华东理工大学化学与分子工程学院, 上海市功能性材料化学重点实验室, 上海 200237; 2. 神威药业集团有限公司, 河北 石家庄 051430)

摘要: **目的** 探讨栀子标准汤剂的量值传递规律。**方法** 以栀子苷含量为评价指标, 70% 甲醇代替甲醇(2015年版《中国药典》规定)作为提取溶剂, 超声时间由 20 min 延长至 40 min。建立标准汤剂 UPLC 特征图谱后, 根据出膏率、指标成分转移率、特征峰传递数考察量值传递规律。**结果** 新方法所测得栀子苷含量较药典法高出近 30%。15 批样品特征图谱中有 6 个特征峰, 平均出膏率为 27.7%, 栀子苷平均转移率为 82.4%, 特征峰传递数为 6。**结论** 栀子苷含量测定方法改进后, 出膏率、指标成分转移率、特征峰传递数可反映栀子标准汤剂量值传递规律。

关键词: 栀子; 标准汤剂; 量值传递规律; 栀子苷; 特征图谱

中图分类号: R289

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)12-2863-06

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.12.008

Quantity transferring rules of *Gardeniae Fructus* standard decoction

HU Ping¹, SANG Qing-ni¹, NIU Li-yuan¹, WANG Feng¹, SUN Xue-zhi¹, LI Jun-shan^{2*}, GAO Han²

(1. Shanghai Key Laboratory of Functional Materials Chemistry; School of Chemistry and Molecular Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China; 2. Shineway Pharmaceutical Group Co., Ltd., Shijiazhuang 051430, China)

ABSTRACT: AIM To explore the quantity transferring rules of *Gardeniae Fructus* standard decoction. **METHODS** Taking geniposide content as an evaluation index, 70% methanol was taken as an extraction solvent instead of methanol [described in the Chinese Pharmacopoeia (2015 edition)], and ultrasonic time was extended from 20 min to 40 min. The UPLC characteristic chromatogram of standard decoction was established, after which quantity transferring rules were investigated according to paste-forming rate, transferring rate of index components and transferring number of characteristic peaks. **RESULTS** The geniposide content determined by new method was about 30% higher than that determined by pharmacopoeia method. There were six characteristic peaks in the characteristic chromatograms of fifteen batches of samples, the average paste-forming rate, transferring rate of index components and transferring number of characteristic peaks were 27.7%, 82.4% and 6, respectively. **CONCLUSION** After the content determination method of geniposide is improved, paste-forming rate, transferring rate of index components and transferring number of characteristic peaks can reflect the quantity transferring rules of *Gardeniae Fructus* standard decoction.

KEY WORDS: *Gardeniae Fructus*; standard decoction; quantity transferring rules; geniposide; characteristic chromatogram

栀子为《中国药典》收录的品种, 是茜草科植物栀子 *Gardenia jasminoides* Ellis 的干燥成熟果

实^[1], 又名山栀子、黄栀子, 具有泄火除烦、清热解毒、凉血止血之功效^[2]。它主要分布于河

收稿日期: 2018-08-14

基金项目: 河北省科技计划项目(16272510); 河北省重点研发计划项目(17272505D)

作者简介: 胡坪(1970—), 女, 博士, 教授, 研究方向为天然产物的分离与分析。Tel: (021) 64252844, E-mail: huping@ecust.edu.cn

* 通信作者: 李军山(1965—), 男, 正高级工程师, 从事药物制剂工艺及质量标准研究。Tel: 15931198098, E-mail: swljs@sina.com

南、江苏、江西、湖北、福建等地，所含化学成分有环烯醚萜类、有机酸酯类、西红花苷类等^[3-5]。

梔子标准汤剂是衡量梔子配方颗粒是否与临床汤剂基本一致的参照物^[6]，梔子苷作为药典规定的指标成分和主要有效物质，其稳定性、水溶性良好，适合作为转移率的评价指标，而且其量值传递规律也是标准汤剂研究的重要内容。但通过预实验发现，以药典法测得的梔子苷含量为指标时，梔子标准汤剂中其转移率>100%，不能正确反映量值传递的真实情况。文献^[7-9]报道，2000、2005年版《中国药典》中梔子项下梔子苷含量测定方法存在问题，所得结果偏低，但2015年版依然沿用了旧版方法，可能导致计算结果有误。

因此，本实验将解释梔子标准汤剂中指标成分梔子苷转移率大于100%的现象，并根据出膏率、指标成分转移率、特征峰传递数来反映其量值传递规律，从而为梔子配方颗粒的生产和质量标准的制定奠定基础。

1 材料

Agilent 1200 高效液相色谱仪、Agilent 1290 UHPLC-6530 QTOF-MS 液质联用仪 [安捷伦科技(中国)有限公司]; Waters Acquity 超高效液相色谱仪 (美国 Waters 公司); CPA225D 电子分析天平 [赛多利斯科学仪器(北京)有限公司]; EPED-E2-10TF 实验室超纯水机 (南京易普易达科技发展有限公司); KQ-500DE 数控超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司); 调温加热套 (南通利豪实验仪器有限公司); 旋转蒸发仪 (巩义市予华仪器有限责任公司); SHZ-D (III) 型循环水真空泵 (上海予英仪器有限公司); FD-1A-50 真空冷冻干燥机 (上海比朗仪器制造有限公司)。

甲醇 (上海凌峰化学试剂有限公司); 磷酸 (国药集团化学试剂有限公司); 乙腈 (色谱纯, 美国 ACS 公司); 水为超纯水 (自制)。梔子苷 (批号 110749-201718, 含量 97.6%)、绿原酸 (批号 110753-201415, 含量 99.3%)、西红花苷-I (批号 111588-200501) 对照品 (中国食品药品检定研究院)。15 批梔子采收于江西、湖南、福建等地, 经河北省食品药品检验院孙宝惠老师鉴定为茜草科植物梔子 *Gardenia jasminoides* Ellis 的干燥成熟果实, 除去杂质、碾碎后制成饮片, 并用于标准汤剂的制备, 具体见表 1。

表 1 样品信息

Tab. 1 Information of samples

批号	产地	批号	产地
S1	江西湖口	S9	福建福鼎
S2	江西湖口	S10	福建苍南县
S3	江西湖口	S11	福建福鼎
S4	湖南衡阳	S12	江西抚州
S5	湖南常德	S13	江西抚州
S6	江西樟树	S14	江西樟树
S7	江西樟树	S15	江西樟树
S8	湖南衡阳		

2 方法与结果

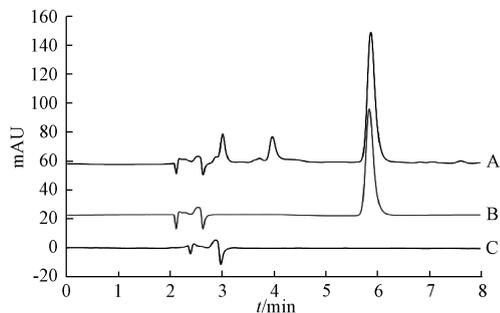
2.1 梔子苷含量测定

2.1.1 供试品溶液制备 称取本品粉末 (过四号筛) 约 0.1 g, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 25 mL 70% 甲醇, 称定质量, 超声 40 min, 放冷, 70% 甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 10 mL, 置于 25 mL 量瓶中, 70% 甲醇定容至刻度, 摇匀, 过 0.45 μm 微孔滤膜, 即得。

2.1.2 对照品溶液制备 精密称取梔子苷对照品适量, 70% 甲醇制成每 1 mL 含 100 μg 该成分的溶液, 即得。

2.1.3 色谱条件 Agilent TC-C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm×150 mm, 5 μm); 流动相乙腈-水 (15:85); 体积流量 1 mL/min; 柱温 30 °C; 检测波长 238 nm; 进样量 10 μL。

2.1.4 专属性考察 吸取空白、对照品、供试品溶液各 10 μL, 在“2.1.3”项色谱条件下进样测定, 结果见图 1。由图可知, 梔子苷保留时间为 5.9 min, 与相邻峰的分度大于 1.5, 理论塔板数为 7 420, 表明该方法专属性良好。



注: A~C 分别为供试品、对照品、空白

1. 梔子苷
1. geniposide

图 1 梔子苷 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatogram of geniposide

2.1.5 线性关系考察 配制 0.001、0.002 5、0.005、0.010、0.025、0.050、0.100、0.250、

0.500、1.000 mg/mL 对照品溶液，分别吸取 10 μL，在“2.1.3”项色谱条件下进样测定。以溶液质量浓度为横坐标 (X)，峰面积为纵坐标 (Y) 进行回归，得方程为 $Y=13\ 655X+24.0$ ($R^2=0.999\ 9$)，在 0.001~1.000 mg/mL 范围内线性关系良好。

2.1.6 精密度试验 取“2.1.2”项下对照品溶液 1 份，在“2.1.3”项色谱条件下进样测定 6 次，测得栀子苷峰面积 RSD 为 0.4%，表明仪器精密度良好。

2.1.7 重复性试验 精密称取本品粉末 (批号 S6) 6 份，按“2.1.1”项下方法制备供试品溶液，在“2.1.3”项色谱条件下进样测定，测得栀子苷含有量 RSD 为 1.3%，表明该方法重复性良好。

表 2 栀子苷加样回收率试验结果 (n=6)

Tab. 2 Results of recovery tests for geniposide (n=6)

称样量/g	原有量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
0.054 54	2.360	2.223	4.660	103.5	100.2	2.2
0.052 22	2.260	2.223	4.456	98.8		
0.052 65	2.278	2.223	4.541	101.8		
0.052 53	2.273	2.223	4.483	99.4		
0.052 14	2.256	2.223	4.518	101.7		
0.050 50	2.185	2.223	4.314	95.7		

2.2 UPLC 特征图谱建立

2.2.1 供试品溶液制备 精密称取本品粉末 0.1 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入 25 mL 70% 甲醇，称定质量，超声 10 min，放冷，70% 甲醇补足减失的质量，摇匀，滤过，即得。

2.2.2 对照品溶液制备 精密称取栀子苷、绿原酸、西红花苷-I 对照品适量，70% 甲醇制成每 1 mL 含三者 100 μg 溶液，即得。

2.2.3 色谱条件 Agilent C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)；体积流量 0.25 mL/min；流动相 0.1% 磷酸 (A)-乙腈 (B)，梯度洗脱 (0~13 min, 6%~25% B；13~20 min, 25%~32% B)；柱温 30 ℃；检测波长 265 nm；进样量 1 μL。

2.2.4 液质联用分析条件 色谱条件同“2.2.3”项，仅将流动相中的 0.1% 磷酸用甲酸代替。采用 TOF 模式的正负离子模式扫描，采集一级质谱数据；雾化气压 30 psi (1 psi=0.133 kPa)；毛细管电压 3 000 V；干燥气体积流量 10 mL/min；干燥气温度 350 ℃；Skimmer 电压 65 V；八级杆射频电压 750 V；毛细管出口电压 125 V；质量扫描范围 m/z 50~1 200。

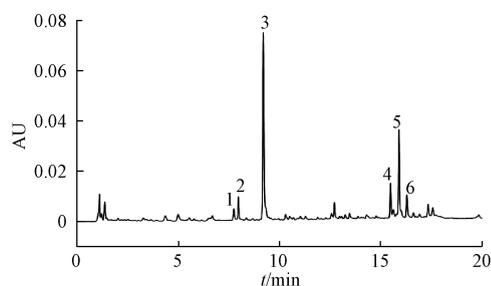
2.2.5 特征峰选取和指认 吸取供试品溶液 1 μL，

2.1.8 稳定性试验 取“2.1.1”项下供试品溶液，于 0、2、4、8、12、24 h 在“2.1.3”项色谱条件下进样测定，测得栀子苷含有量 RSD 为 1.4%，表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.1.9 检测限、定量限测定 将对照品溶液不断稀释至色谱峰信噪比 (S/N) 约为 3，此时质量浓度为检测限，而 S/N 约为 10 时为定量限。结果，栀子苷检测限、定量限分别为 1.4×10^{-4} 、 5.6×10^{-4} mg/mL。

2.1.10 加样回收率试验 精密称取含有量已知的本品粉末 (批号 S6) 6 份，每份 0.05 g，按 100% 水平加入对照品溶液，按“2.1.1”项下方法制备供试品溶液，在“2.1.3”项色谱条件下进样测定，计算回收率，结果见表 2。

在“2.2.3”项条件下分析，色谱图见图 2。再选取峰形对称、分离度良好，15 批样品中都存在的 6 个色谱峰作为特征峰。



1. 绿原酸 2. 京尼平-1-β-D-龙胆双糖苷 3. 栀子苷 4. 6''-O-反-对香豆酰基京尼平龙胆二糖苷 5. 西红花苷-I 6. 3, 5-二咖啡酰-5-(3-羟基-3-甲基戊二酰) 奎尼酸

1. chlorogenic acid 2. genipin-1-β-D-gentiobioside 3. geniposide
4. 6''-O-trans-p-coumaroyl-genipin gentiobioside 5. crocin-I
6. 3, 5-di-O-caffeoyl-4-O-(3-hydroxy-3-methyl) glutaroyl quinic acid

图 2 栀子特征图谱

Fig. 2 Characteristic chromatogram of *Gardeniae Fructus*

采用液质联用技术对特征峰进行指认。吸取供试品溶液 1 μL，在“2.2.4”项条件下分析，总离子流色谱图见图 3。结合精确分子量、对照品、相关文献比对，对 6 个峰进行了指认，结果见表 3。

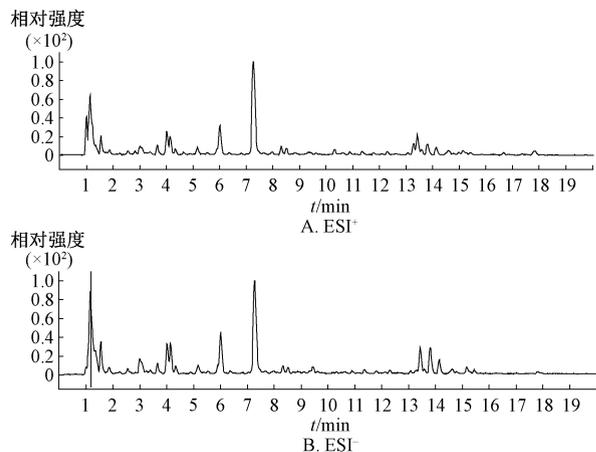


图3 栀子总离子流色谱图

Fig. 3 Total ion current chromatograms of *Gardeniae Fructus*

由此可知, 1、6号峰是有机酸类, 2~4号峰是环烯醚萜苷类, 5号峰是西红花苷类, 可反映栀子整体质量, 其中3号峰(栀子苷)最高, 保留时间适中, 对照品易得, 故将其作为对照峰。各特征峰相对保留时间应在规定值的±5%之内, 分别为0.84(峰1)、0.86(峰2)、1.00(峰3)、1.69(峰4)、1.74(峰5)、1.78(峰6)。

2.2.6 方法学考察

2.2.6.1 精密度试验 精密称取本品粉末1份, 按“2.2.1”项下方法制备供试品溶液, 在“2.2.3”项色谱条件下进样测定6次。以栀子苷色谱峰为参照, 测得各特征峰相对保留时间RSD为0~0.1%, 相对峰面积RSD为0~0.0%, 表明仪器精密度良好。

表3 特征峰质谱数据及鉴定结果

Tab. 3 Mass spectrum data and identification results of characteristic peaks

峰号	t_R/min	$[M-H]^- m/z$	$[M+H]^+ m/z$	相对分子质量	分子式	化合物
1*	5.907	353.087 8	355.102 4	354.095 1	$C_{16}H_{18}O_9$	绿原酸 ^[10]
2	6.007	549.182 5	551.197 0	550.189 8	$C_{23}H_{34}O_{15}$	京尼平-1-β-D-龙胆双糖苷 ^[3,11-12]
3*	7.274	387.129 7	389.144 2	388.136 9	$C_{17}H_{24}O_{10}$	栀子苷 ^[13]
4	13.427	695.219 3	697.233 8	696.226 5	$C_{32}H_{40}O_{17}$	6"-O-反-对香豆酰基京尼平龙胆二糖苷 ^[3,11,14]
5*	13.810	975.371 5	977.386 0	976.378 8	$C_{44}H_{64}O_{24}$	西红花苷-I ^[15-17]
6	14.144	659.161 8	661.176 3	660.169 0	$C_{31}H_{32}O_{16}$	3,5-二咖啡酰-5-(3-羟基-3-甲基戊二酰)奎尼酸 ^[3,18]

注: *为已采用相应对照品比对确认过

2.2.6.2 重复性试验 精密称取本品粉末6份, 按“2.2.1”项下方法制备供试品溶液, 在“2.2.3”项色谱条件下进样测定。以栀子苷色谱峰为参照, 测得各特征峰相对保留时间RSD为0~0.1%, 相对峰面积RSD为0~0.4%, 表明该方法重复性良好。

2.2.6.3 稳定性试验 取“2.2.1”项下供试品溶液, 于0、2、4、8、12、24 h在“2.2.3”项色谱条件下进样测定。以栀子苷色谱峰为参照, 测得各特征峰相对保留时间RSD为0~0.1%, 相对峰面积RSD为0~0.3%, 表明溶液在24 h内稳定性良好。

2.3 标准汤剂制备和量值传递规律

2.3.1 标准汤剂制备 精密称取饮片120 g置于圆底烧瓶中, 加8倍量水浸泡30 min回流提取, 迅速加热至沸腾, 维持微沸20 min, 趁热倾出药液, 325目筛网过滤, 药液在冰水浴中迅速冷却。再于药渣中加入6倍量水, 迅速加热至沸腾, 维持微沸15 min, 趁热倾出药液, 325目筛网过滤, 药液在冰水浴中迅速冷却, 合并2次煎液, 减压浓缩, 冷冻干燥, 即得。

2.3.2 栀子苷含有量测定 参照“2.1”项下栀

子苷含有量测定方法, 仅将供试品溶液的稀释倍数由2.5倍提高到10倍, 采用Agilent C_{18} 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.8 μm), 其余不变。

2.3.3 特征图谱建立 参照“2.2”项下方法。

2.3.4 量值传递相关计算公式 出膏率=(标准汤剂质量/饮片质量)×100%, 指标成分转移率=(标准汤剂中栀子苷含有量/饮片中栀子苷含有量)×100%。

2.3.5 结果分析 表4显示, 15批标准汤剂平均出膏率为27.7%, RSD为3.6%, 表明其质量传递稳定; 栀子苷平均含有量为14.7%, RSD为22.6%, 浮动较大, 表明具有良好的代表性; 栀子苷平均转移率为82.4%, RSD为5.5%。图4显示, 15批栀子及其标准汤剂的特征图谱非常相似, 特征峰传递数均为6个。

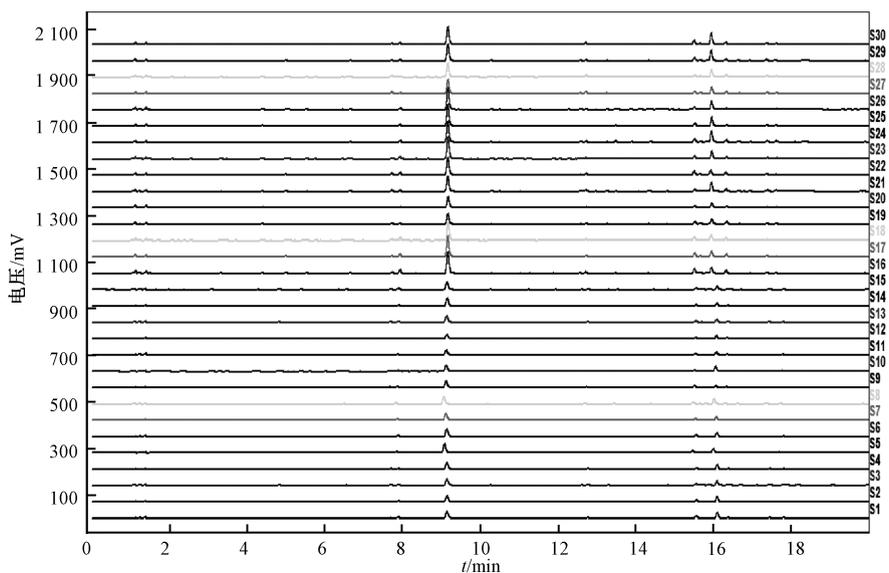
3 讨论

在测定栀子苷含有量时, 本实验考察了提取溶剂30%、50%、70%、90%甲醇及甲醇, 发现70%甲醇提取时最高; 考察了超声时间20、30、40、50、60 min, 测得其含有量分别为4.33%、4.51%、4.64%、4.62%、4.61%, 故确定为40 min; 考察了色谱分离条件(如流动相、色谱

表4 标准汤剂量值传递评价指标

Tab. 4 Evaluation indices for mass transfer of standard decoction

批号	出膏率/%	标准汤剂中 栀子苷/%	药典法		本实验方法		特征峰数
			饮片中栀子苷/%	转移率/%	饮片中栀子苷/%	转移率/%	
S1	27.3	16.2	3.99	111	5.33	82.9	6
S2	27.0	16.4	3.88	113	5.42	81.6	6
S3	27.7	15.0	3.70	112	5.14	81.0	6
S4	27.6	9.80	2.37	112	3.38	79.9	6
S5	29.0	9.00	2.63	100	3.42	76.2	6
S6	27.1	13.8	3.56	103	4.57	81.4	6
S7	27.8	13.9	3.37	114	4.58	84.4	6
S8	26.9	19.7	5.19	102	6.40	82.9	6
S9	26.2	17.7	4.16	110	5.37	86.4	6
S10	27.2	17.5	4.16	113	5.23	91.1	6
S11	27.2	18.1	4.66	105	5.54	89.1	6
S12	29.2	12.4	3.81	95	4.64	77.8	6
S13	29.6	11.6	3.51	99	4.53	76.1	6
S14	26.7	14.5	3.61	108	4.67	83.0	6
S15	25.2	14.7	3.46	106	4.76	77.8	6
平均值	27.7	14.7	3.77	107	4.89	82.4	—
标准差	1.0	3.3	0.8	6.6	0.8	4.6	—
RSD/%	3.6	22.6	19.8	6.1	17.1	5.5	—



注：S1~S15为饮片，S16~S30为标准汤剂

图4 样品特征图谱

Fig. 4 Characteristic chromatograms of samples

柱、体积流量、柱温等),发现药典法具有较好的专属性和耐受性,故不作修改。最终确定,栀子苷供试品溶液制备方法为70%甲醇超声提取40 min,其他测定条件同药典法。

中药材属于复杂体系,单一成分不能反映其整体质量,故本实验建立了栀子特征图谱。首先,考察了水-甲醇、水-乙腈、磷酸-甲醇、磷酸-乙腈等流动相体系对分离的影响,发现0.1%磷酸-乙腈梯度洗脱时基线平稳,各色谱峰分离度较好。然后,

采用二极管阵列检测器优化检测波长,发现265 nm下可兼顾栀子中环烯醚萜、有机酸酯、西红花苷3类成分,具有良好的特征性。量值传递研究显示,标准汤剂中特征峰传递数均为6个,表明制备过程中没有特征峰损失和新峰产生,即相关规律可靠。

表4显示,药典法测得15批栀子饮片中栀子苷平均含量为3.77%,而本实验方法为4.89%,高出约30%;药典法测得栀子苷转移率为

95%~114%，平均107%，13批超过100%，不符合标准汤剂量值传递的正常规律，而本实验方法为76.1%~91.1%，平均82.4%，结果稳定合理。

因此，本实验建议对2015年版《中国药典》项下栀子中栀子苷含有量测定方法进行适当修订，并通过测定标准汤剂出膏率、指标成分转移率、特征峰传递数来确保栀子标准汤剂量值传递规律的真实性。

参考文献:

[1] 国家药典委员会, 中华人民共和国药典: 2015年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 172-173.

[2] Xiao W P, Li S M, Wang S Y, et al. Chemistry and bioactivity of *Gardenia jasminoides*[J]. *J Food Drug Anal*, 2017, 25(1): 43-61.

[3] Wang L, Liu S, Zhang X J, et al. A strategy for identification and structural characterization of compounds from *Gardenia jasminoides* by integrating macroporous resin column chromatography and liquid chromatography-tandem mass spectrometry combined with ion-mobility spectrometry [J]. *J Chromatogr A*, 2016, 1452: 47-57.

[4] Peng K F, Yang L G, Zhao S Z, et al. Chemical constituents from the fruit of *Gardenia jasminoides* and their inhibitory effects on nitric oxide production[J]. *Bioorg Med Chem Lett*, 2013, 23(4): 1127-1131.

[5] 于洋, 高昊, 戴毅, 等. 栀子属植物化学成分的研究进展[J]. *中草药*, 2010, 41(1): 148-153.

[6] 陈士林, 刘安, 李琦, 等. 中药饮片标准汤剂研究策略[J]. *中国中药杂志*, 2016, 41(8): 1367-1375.

[7] 杜守颖, 郝博, 吴清. 对中国药典2000年版一部栀子中栀子苷含量测定方法的探讨[J]. *中国药品标准*, 2003,

4(2): 12-14.

[8] 赵成城, 杨军宣, 施俊辉, 等. 对《中国药典》2005年版I部栀子中栀子苷含量测定方法的探讨[J]. *时珍国医国药*, 2010, 21(11): 2793-2795.

[9] 雷鹏, 刘韶, 李新中, 等. 对《中国药典》2005年版一部栀子药材中栀子苷含量测定方法的探讨[J]. *中药新药与临床药理*, 2007, 18(3): 225-227.

[10] Wu X Y, Zhou Y, Yin F Z, et al. Quality control and producing areas differentiation of *Gardeniae Fructus* for eight bioactive constituents by HPLC-DAD-ESI/MS [J]. *Phytomedicine*, 2014, 21(4): 551-559.

[11] 叶日贵, 白梅荣, 包明兰, 等. 栀子化学成分的 LC-MSD Trap 与 UV 分析[J]. *中成药*, 2015, 37(7): 1503-1507.

[12] Han Y, Wen J, Zhou T T, et al. Chemical fingerprinting of *Gardenia jasminoides* Ellis by HPLC-DAD-ESI-MS combined with chemometrics methods [J]. *Food Chem*, 2015, 188: 648-657.

[13] 姚超, 辛华, 陆兔林, 等. 不同产地栀子的超高效液相色谱指纹图谱及模式识别研究[J]. *中国药学杂志*, 2017, 52(1): 63-67.

[14] 王晓燕, 张丽, 王添琦, 等. 栀子化学成分的 UHPLC-Q-TOFMS 分析[J]. *中药材*, 2013, 36(3): 407-410.

[15] 徐姣, 赵嵘, 代云桃, 等. 栀子标准汤剂的质量评价方法考察[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2017, 23(7): 30-35.

[16] Bergonzi M C, Righeschi C, Isacchi B, et al. Identification and quantification of constituents of *Gardenia jasminoides* Ellis (Zhi-zi) by HPLC-DAD-ESI-MS[J]. *Food Chem*, 2012, 134(2): 1199-1204.

[17] 胡晓妹, 谢媛媛, 梁洁, 等. 栀子药材质量综合评价研究[J]. *中药与临床*, 2015, 6(1): 8-12.

[18] Yu Y, Feng X L, Gao H, et al. Chemical constituents from the fruits of *Gardenia jasminoides* Ellis[J]. *Fitoterapia*, 2012, 83(3): 563-567.