



**HAL**  
open science

## Séparation des énantiomères d'analogues de strigolactones par chromatographie en fluide supercritique

Vincent Steinmetz, Nathalie Hue

► **To cite this version:**

Vincent Steinmetz, Nathalie Hue. Séparation des énantiomères d'analogues de strigolactones par chromatographie en fluide supercritique. 15ème Congrès Francophone sur les Sciences Séparatives et les COu-plages de l'AFSEP, Mar 2023, Paris, France. . <hal-04418795>

**HAL Id: hal-04418795**

**<https://hal.science/hal-04418795v1>**

Submitted on 26 Jan 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire HAL, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



HAL Authorization

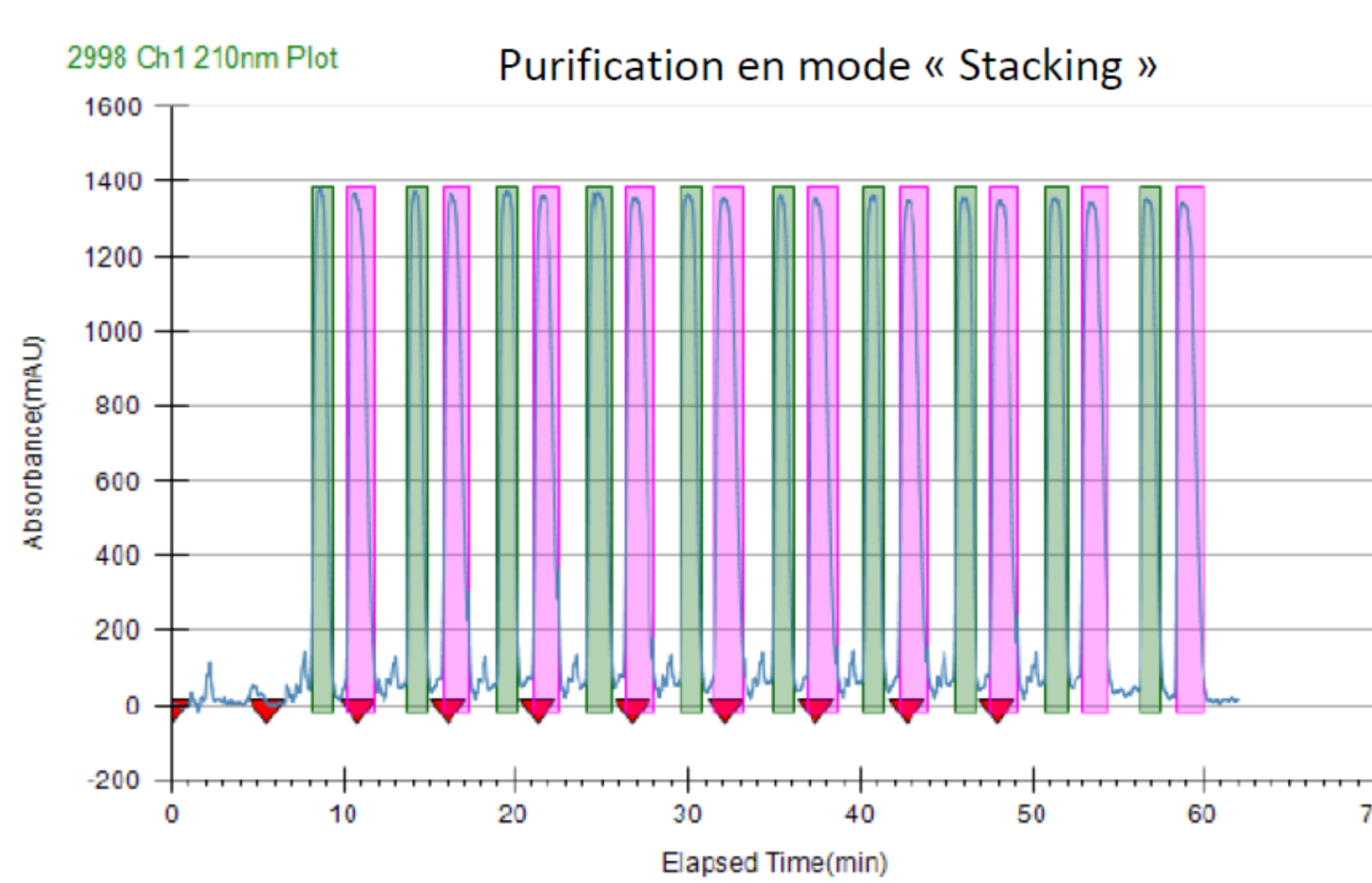
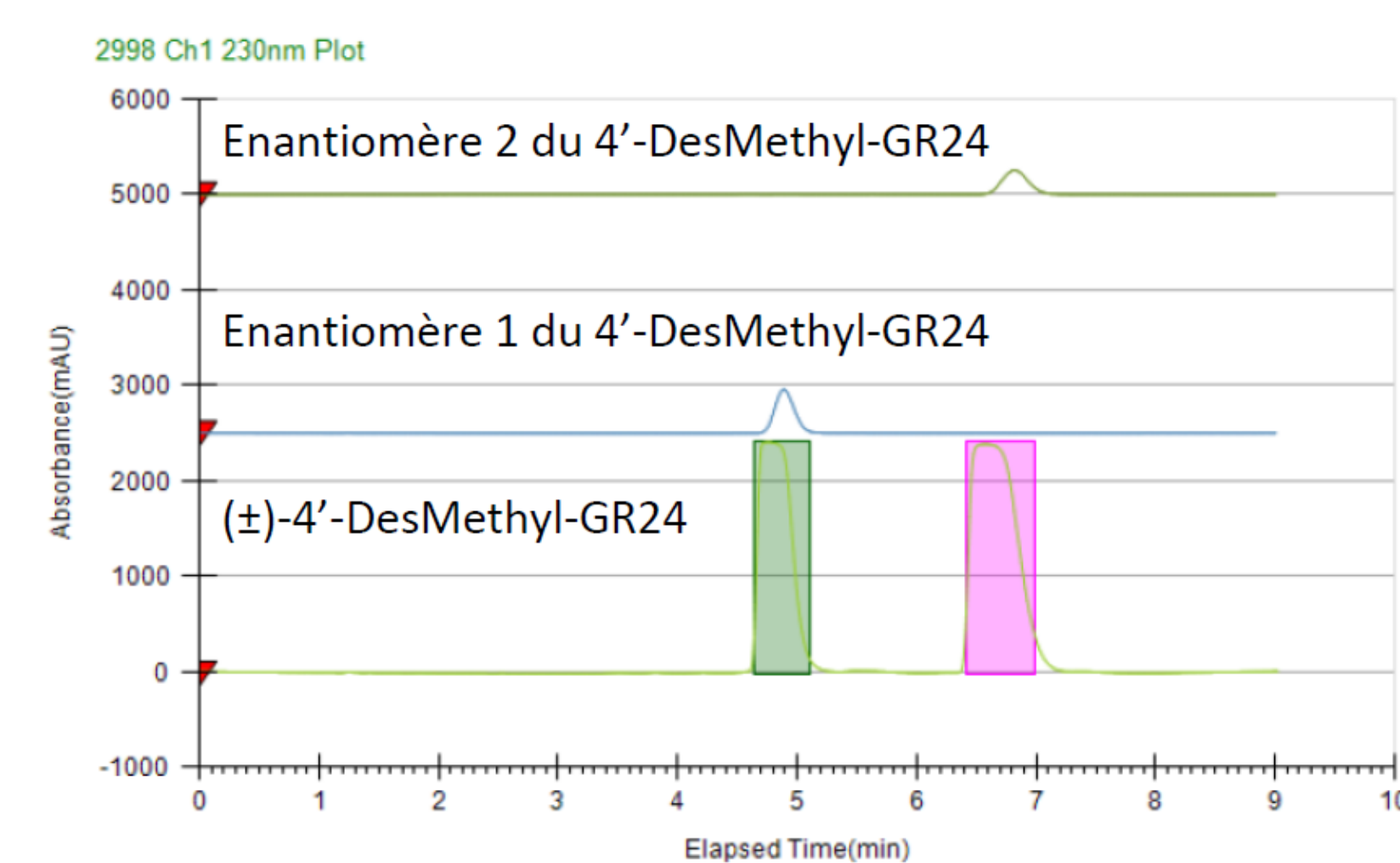
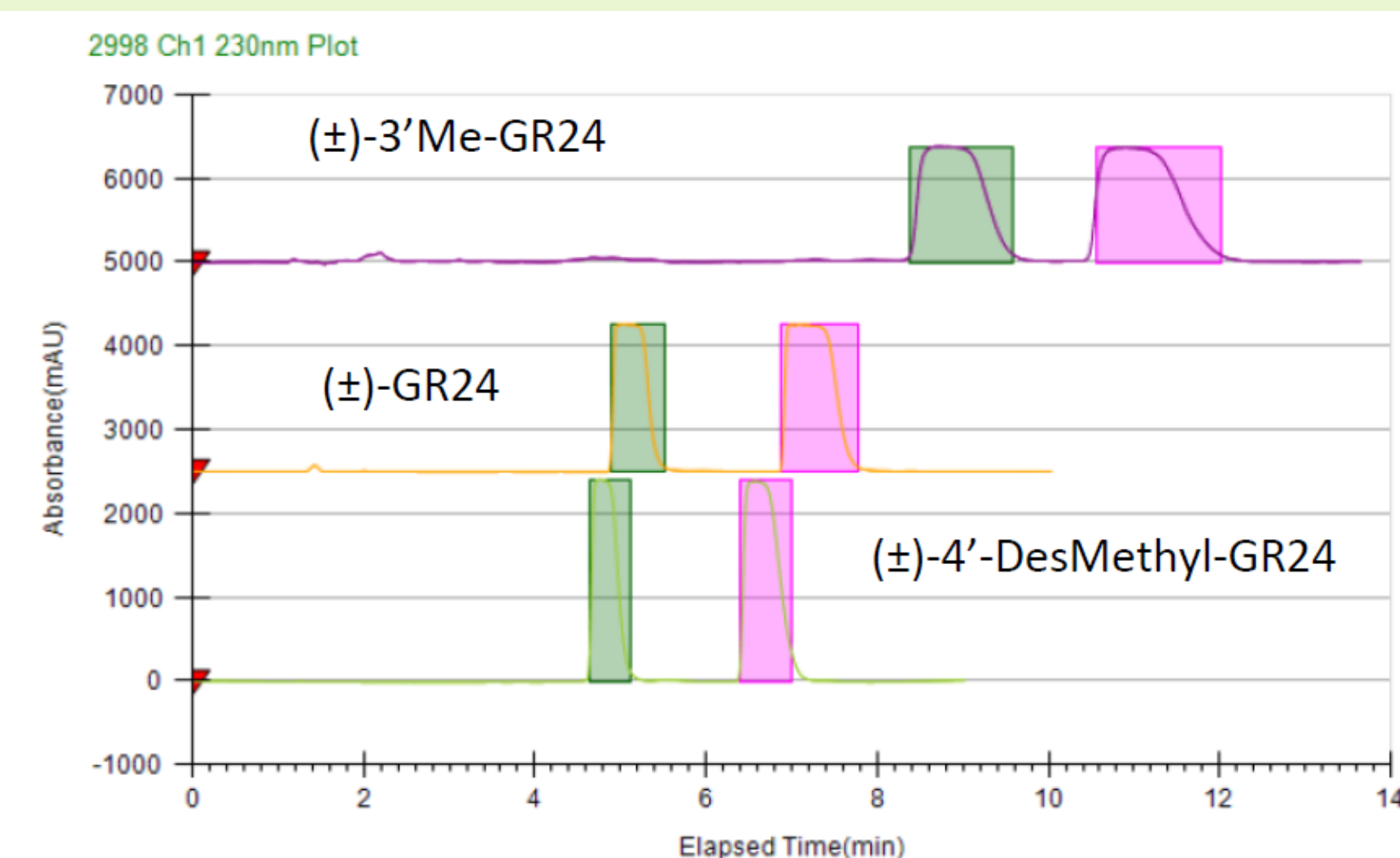
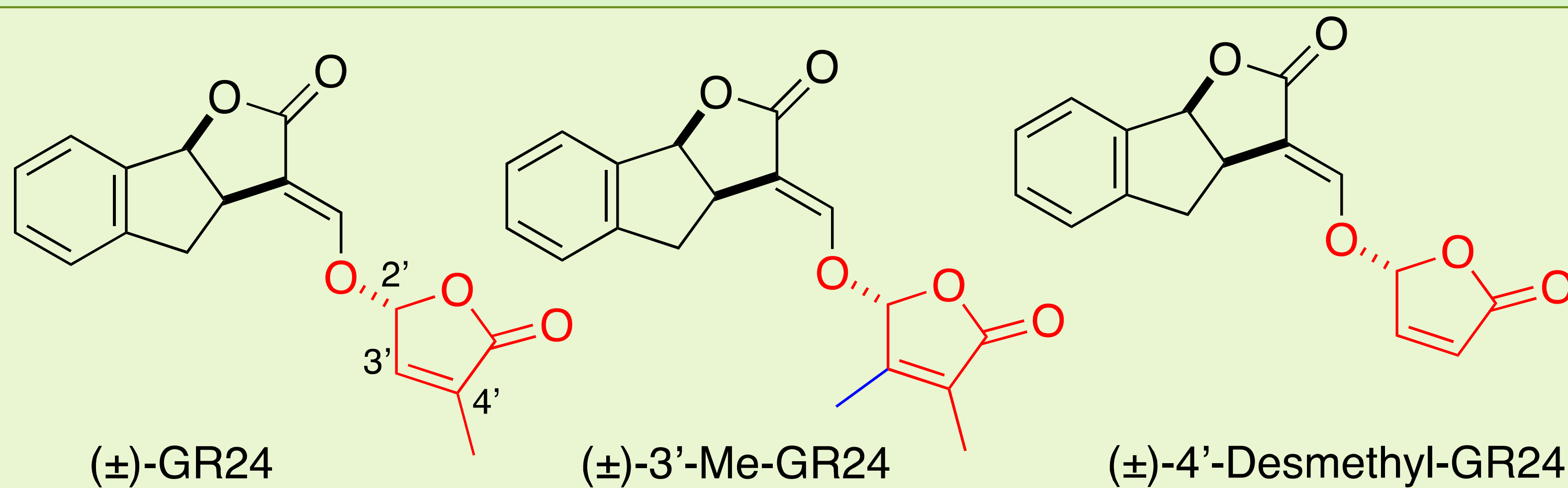
## Introduction

Les strigolactones (SL) dans leur forme canonique, comportent une lactone tricyclique reliée par un pont éno-éther à un buténolide invariant. Ces molécules ont été identifiées comme des hormones végétales jouant un rôle dans l'architecture des plantes [1]. Elles sont aussi connues pour leur implication dans une interaction symbiotique entre les plantes et les champignons endomycorhiziens à arbuscules [2]. Leur rôle fondamental dans le développement des plantes, leur biodisponibilité extrêmement faible, leur sensibilité à l'hydrolyse et les difficultés à obtenir des SL naturelles par synthèse organique ont incité les chimistes à développer des analogues de ces molécules.

Le GR24 est un analogue artificiel inventé par Gerald Rosebery [3]. Cette molécule est la référence dans tous les essais biologiques étudiant le rôle des SL dans le développement des plantes et dans les interactions rhizosphériques.

## Séparation par chromatographie en fluide supercritique (SFC) semi-préparative

L'ICSN est spécialisé dans l'étude des SL et a développé différents analogues [4-7]. Pour observer leur activité biologique ainsi que les interactions avec leurs récepteurs protéiques [5-6], il est nécessaire d'obtenir ces composés sous forme énantiomériquement pure. Nous avons donc développé une méthode de séparation des énantiomères en SFC [5,6] de plusieurs analogues : (±)-GR24, (±)-3'-Me-GR24, (±)-4'-Desmethyl-GR24.



La SFC préparative a été réalisée avec un appareil Investigator II (Thar), dans les conditions suivantes :

Température du four à colonnes: 40 °C  
 Pression du système: 150 bars  
 Débit de phase mobile: 12 ml/min  
 Composition: CO<sub>2</sub>/20 % Acétonitrile  
 Colonne: Lux-Cellulose-1 10×250 mm 5µm (Phénomex)

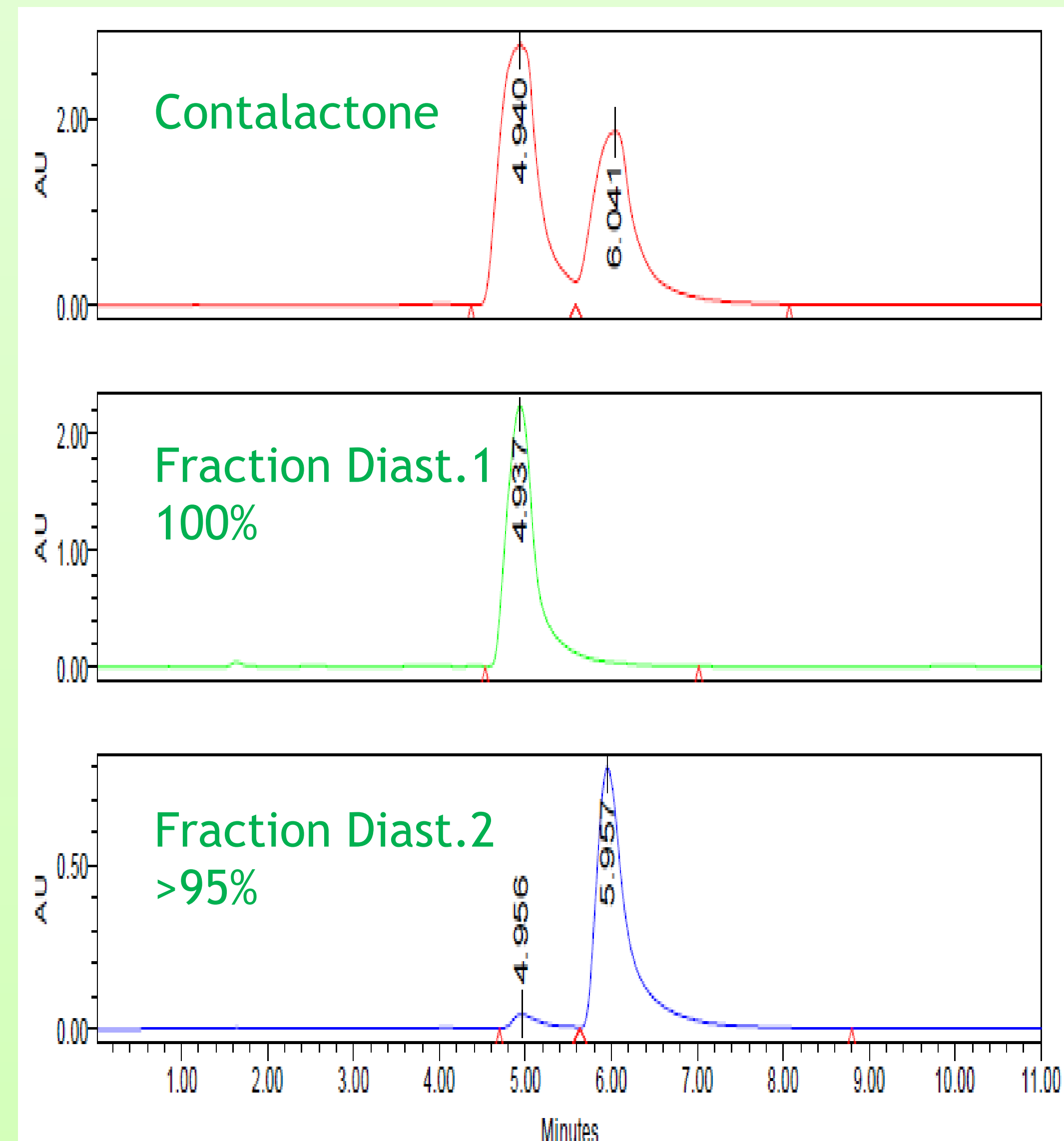
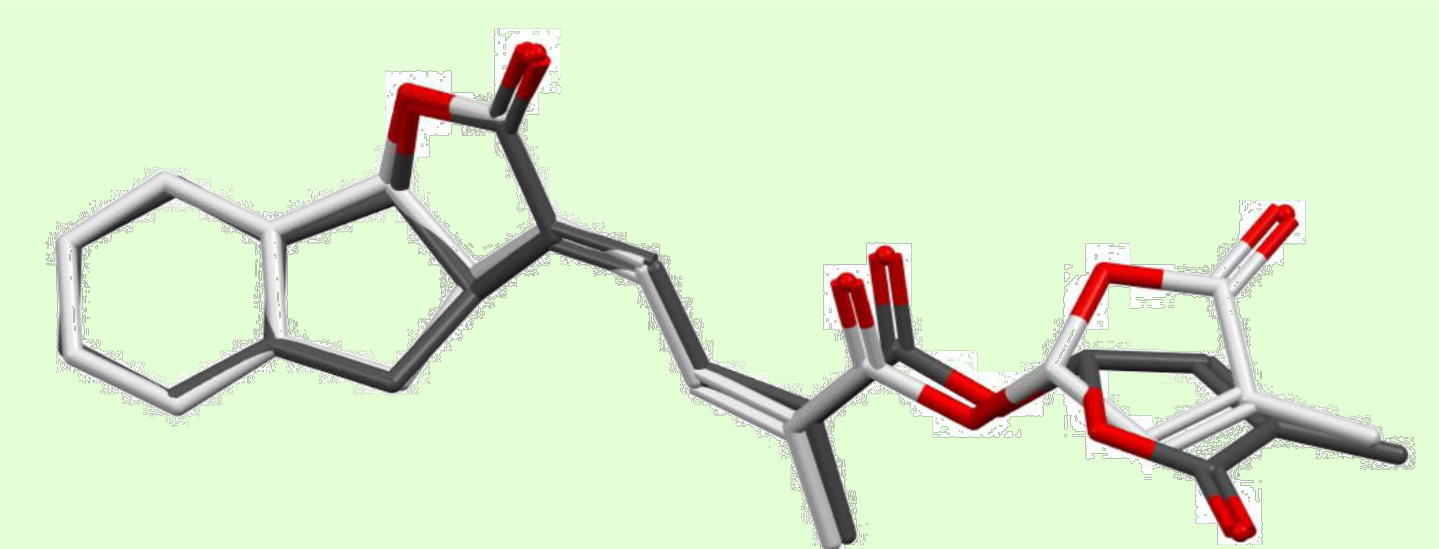
Les injections d'une durée de 10 à 14 min ont été empilées (mode « stack »)  
 Volume injecté: 80 µl de 20 à 70 mg/ml

➔ Obtention de plus d'une dizaine de milligrammes de chacun des énantiomères des analogues de SL

La quantité de solvant utilisée avoisine les 150 ml, à comparer avec l'HPLC qui aurait consommé 800 ml à 1L de solvant organique, soit plus de 80% d'économie de solvant.

Une autre étude a mis en évidence une impureté de synthèse du GR24 (contalactone). Elle a été caractérisée lors d'un suivi de dégradation par LC/MS. Cette étude a aussi permis d'identifier son origine.

Nous avons ensuite mis au point sa purification diastéréoisomérique à l'aide d'une colonne originale : Hypercarb 4,6×150 mm 5µm (Thermo Scientific). Cette molécule agit comme un mime de SL [7].



Purification des 2 diastéréoisomères de la contalactone  
 MeOH/IPA 1/1 +0,1% AF, 2ml/min

- [1] Gomez-Roldan, V. *et al. Nature* **455**, 189-194, (2008)
- [2] Akiyama, K. *et al. Nature* **435**, 824-827, (2005)
- [3] Johnson, A. W. *et al. J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, 1734-1743, (1981)
- [4] Boyer, F.-D. *et al. Plant Phys.* **159**, 1524-1544 (2012)
- [5] de Saint Germain, A. *et al. Nat. Chem. Biol.* **12**, 787-794, (2016)
- [6] de Saint Germain, A. *et al. Plant Commun.* **2**, 100166, (2021)
- [7] de Saint Germain, A. *et al. Phytochemistry* **168**, 112112, (2019)

