

Perbedaan intensitas transmitansi pelepasan senyawa hidroksil *mineral trioxide aggregate*, nano silika sekam padi hasil metode sol-gel dan pirolisis

Iffi Aprillia^{1*}, Sarmayana¹, Endang Suprastiwi¹

¹Departemen Ilmu Konservasi Gigi, Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Indonesia, Indonesia

*korespondensi: e-mail: iffi.aprillia02@ui.ac.id

Submisi: 27 Desember 2022; Penerimaan: 27 April 2021; Publikasi online: 30 April 2021

DOI: [10.24198/pjdrs.v5i1.31350](https://doi.org/10.24198/pjdrs.v5i1.31350)

ABSTRAK

Pendahuluan: *Mineral trioxide aggregate* (MTA) diketahui memanfaatkan sifat reaktif gugus hidroksil dari permukaan nano silika yang dikandungnya untuk remineralisasi jaringan. Sementara itu, silika berukuran nano dapat diekstraksi dari sekam padi melalui metode sol-gel dan pirolisis. Tujuan penelitian menganalisis perbedaan intensitas transmitansi pelepasan senyawa hidroksil yang dihasilkan oleh MTA, nano silika sekam padi hasil metode sol-gel dan pirolisis. **Metode:** Jenis penelitian eksperimen laboratorium. Sebanyak 3 sampel yang terdiri dari masing-masing bubuk sampel MTA, nano silika sekam padi sol-gel dan nano silika sekam padi pirolisis sebanyak 0,14 mg dicampurkan dengan 0,2 ml aquades dan dibiarkan mengeras selama 15 menit. Hasil campuran kemudian diukur menggunakan alat *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dan dilihat intensitas transmitansinya. Hasil karakteristik FTIR kemudian dianalisis secara kualitatif. **Hasil:** Ketiga sampel uji melepaskan gugus fungsi -OH di kisaran gelombang 3000-3500. Sampel MTA memperlihatkan intensitas puncak transmitansi gugus -OH paling tinggi. Sampel nano silika sol-gel memperlihatkan intensitas puncak transmitansi gugus -OH lebih tinggi dibandingkan nano silika pirolisis. Sampel MTA memperlihatkan keberadaan gugus karbonat (CO_3^{2-}) yang tidak terdapat pada kedua sampel nano silika, sementara kedua sampel nano silika memperlihatkan gugus siloksan (Si-O-Si) yang tidak terdapat pada sampel MTA. **Simpulan:** MTA menghasilkan intensitas transmitansi senyawa hidroksil paling tinggi, yang menandakan MTA dapat melepaskan gugus hidroksil paling banyak dibandingkan sampel nano silika sol-gel dan nano silika pirolisis.

Kata Kunci: *Mineral Trioxide Aggregate* (MTA), nano silika sekam padi metode sol-gel, nano silika sekam padi metode pirolisis, pelepasan senyawa hidroksil, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).

Differences in the transmittance intensity of hydroxyl release from mineral trioxide aggregate, sol-gel, and pyrolysis nano-silica of rice husk

ABSTRACT

Introduction: *Mineral trioxide aggregate* (MTA) is known to take advantage of the reactive properties of the hydroxyl groups from the surface of the nano-silica for tissue remineralisation. Meanwhile, nano-sized silica can be extracted from rice husks through sol-gel and pyrolysis methods. The research objective was to analyse the differences in the transmittance intensity of hydroxyl compounds released by MTA, nano-silica of rice husks resulting from the sol-gel method and pyrolysis. **Methods:** This research was an experimental laboratory. A total of 3 samples consisted of MTA powder, sol-gel nano-silica rice husk and pyrolysis nano-silica rice husk, 0.14 mg each, mixed with 0.2 ml of distilled water and hardened still for 15 minutes. The mixture results was then measured using a *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) instrument, and then the intensity of the transmittance was observed. The results of the FTIR characteristics were then analysed qualitatively. **Results:** All samples release the -OH functional group in the wave range of 3000-3500. The MTA sample showed the highest intensity of the -OH group transmittance. The sol-gel nano-silica samples showed higher intensity of the -OH group transmittance than the pyrolysis nano-silica. The MTA sample showed a carbonate group (CO_3^{2-}) which was not present in another two nano-silica samples, while the two nano-silica samples showed a siloxane (Si-O-Si) group that was not present in the MTA sample. **Conclusion:** MTA produces the highest transmittance intensity of hydroxyl compounds, which indicates that MTA can release the most hydroxyl groups compared to sol-gel nano-silica and pyrolysis nano-silica samples.

Keywords: MTA (*mineral trioxide aggregate*), sol-gel nano-silica rice husk, pyrolysis nano-silica rice husk, hydroxyl compounds release, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).

PENDAHULUAN

Nanopartikel silika saat ini telah banyak dikembangkan dan dimanfaatkan dalam bidang kedokteran dan kedokteran gigi. Nano silika di bidang kedokteran gigi, dimanfaatkan sebagai penutup tubulus dentin untuk mengatasi sensitivitas gigi, karena sifat permukaannya yang reaktif sehingga dapat berikatan dengan reseptor kalsium pada permukaan dentin dan mudah memasuki tubulus dentin yang lebih dalam untuk mineralisasi jaringan.^{1,2} Silika yang berukuran nano memiliki keunggulan karena ukuran yang sangat kecil, luas permukaan yang tinggi, biokompabilitas, toksisitas rendah, antibakteri, bioaktivitas, sifat fisik dan mekanis yang baik, serta kemampuan penyerapan yang tinggi.

Ukuran nano memiliki kelebihan karena luas permukaan yang besar dan mampu memasuki sel dan organel sel melalui mekanisme endositosis.³ MTA (*Mineral Trioxide Aggregate*) merupakan material bioaktif yang berbahan dasar kalsium silikat. MTA merupakan bahan sintetik yang berisi silika, bismuth, alumunium dan kalsium. MTA saat ini menjadi material *Gold Standar* dalam perawatan kaping pulpa direk, pulpotomi, apeksogenesis, penutupan perforasi kamar pulpa dan saluran akar, penutupan apeks pada bedah endodontik dan perbaikan resorpsi akar eksternal.¹ Selama proses pencampuran, material ini akan menghasilkan trikalsium silikat, dikalsium silikat, dan trikalsium aluminat. Berdasarkan komposisi tersebut, MTA memiliki komponen silikat yang merupakan bentuk mineral dari silikon yang bereaksi dengan unsur kalsium. Sebagian besar komponen MTA adalah kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). Selain itu, MTA juga dapat melepaskan ion OH^- .⁴

Para peneliti saat ini banyak mendalami mengenai nano partikel silika (SiO_2) dari sekam padi. Sekam padi merupakan salah satu bagian tanaman padi yang mengandung komponen silika tertinggi dibandingkan dari bagian tanaman padi lainnya seperti jerami, dedak dan bekatul.⁵ Nano silika dapat diekstraksi dari sekam padi melalui beberapa metode antara lain metode sol-gel dan pirolisis. Sifat-sifat yang dimiliki oleh nano silika dari sekam padi antara lain permukaan yang keras, kandungan silika yang tinggi, berpori, luas permukaan yang tinggi, antibakteri dan bioaktif. Sifat-sifat tersebut menyebabkan nano silika dari sekam padi dapat dimanfaatkan secara ekonomi sebagai bahan baku

untuk dikembangkan menjadi material perawatan gigi dalam kedokteran gigi. Nano silika dari sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai *filler* dalam komposit gigi karena komposit yang digunakan saat ini dipasaran menggunakan silika komersil yang sangat mahal harganya akibat tingginya harga prekursor yang digunakan dalam produksinya.⁶

Kandungan partikel silika dalam sekam padi diharapkan mampu menjadi bahan baku material bioaktif alternative dengan mengacu pada kandungan silika MTA sebagai baku emas. Tujuan penelitian untuk menganalisis perbedaan intensitas transmitansi senyawa hidroksil yang dihasilkan oleh MTA, nano silika sekam padi metode sol-gel dan pirolisis melalui uji karakterisasi FTIR.

METODE

Penelitian ini dilakukan di Labolatorium Uji Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok, pada bulan Oktober 2019. Sampel dibagi menjadi 3 kelompok, kelompok 1 terdiri dari sampel bubuk MTA *Angelus®*, kelompok 2 terdiri dari sampel bubuk nano silika sekam padi yang diekstraksi dengan metode sol-gel dengan ukuran partikel 40-80 nm, BET 110-120 mm^2/g dan kelompok 3 terdiri dari sampel bubuk nano silika sekam padi yang diekstraksi dengan metode pirolisis (*pretreatment HCL*) dengan ukuran partikel 20-60 nm, BET 220 mm^2/g . Nano partikel silika sekam padi diekstraksi dari sekam padi Ciherang, Karawang dan diproduksi oleh Laboratorium Balai Besar Litbang Pasca Panen Pertanian, Bogor, Jawa Barat. Masing-masing bubuk sampel dicampur dengan aquades dengan perbandingan 0,14 mg bubuk sampel dengan 0,2 ml aquades menggunakan mikropipet. Perbandingan bubuk dan air pada nano silika sekam padi sol-gel dan pirolisis mengacu pada perbandingan bubuk dan air pada petunjuk pabrik untuk dosis MTA *Angelus®*. Campuran bubuk sampel dan aquabides kemudian dicampur dalam botol reaksi kaca 50 ml sehingga membentuk konsistensi pasta dan didiamkan selama 15 menit hingga mengeras (*setting*).

Sampel Uji pada masing-masing sampel dikeluarkan dari botol kaca reaksi, lalu diletakkan ke dalam tempat sampel pada alat FTIR (The Thermo Scientific™ Nicolet™ iS™ ATR). Masing-masing sampel dianalisis dan dilihat puncak gugus fungsi yang dilepaskan melalui layar monitor.

Pengukuran pelepasan senyawa hidroksil pada masing-masing sampel diletakkan dalam di tempat sel FTIR dengan lubang mengarah ke sumber radiasi. Sampel dibiarkan terkena radiasi infrared pada alat FTIR. Sampel kemudian menyerap beberapa IR yang masuk, sedangkan infrared yang tidak terserap akan ditransmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar infrared lolos mencapai detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim ke komputer dan direkam dalam bentuk puncak-puncak sesuai dengan gugus fungsi yang khas untuk masing-masing molekul.

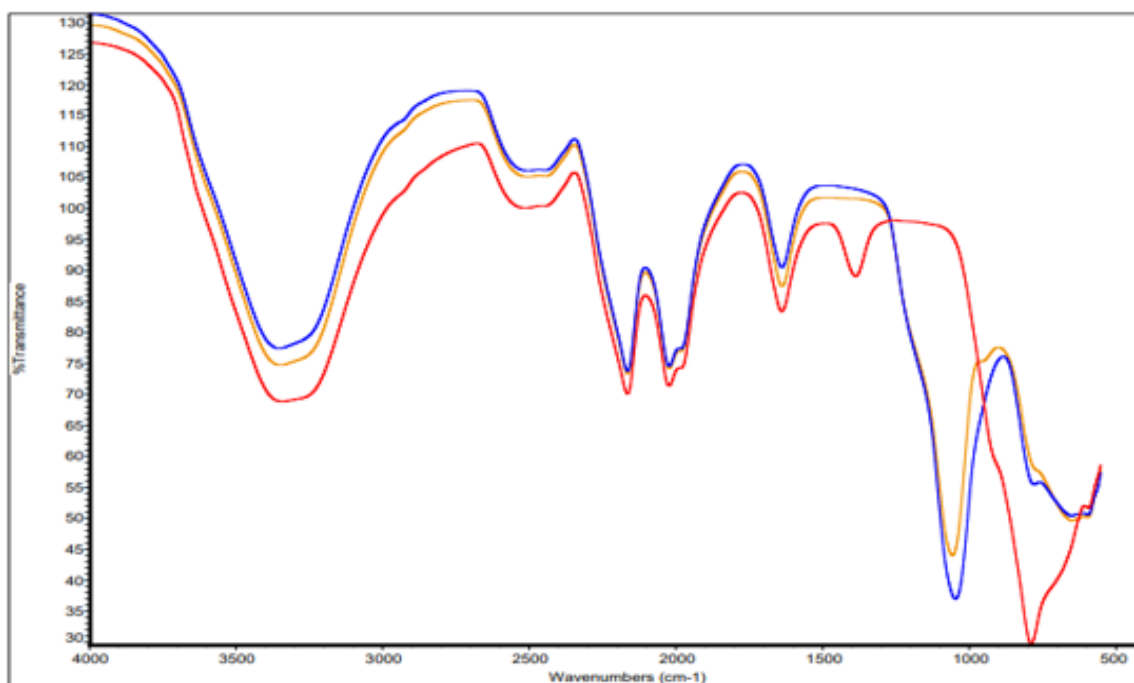
Banyaknya frekuensi yang dilewati senyawa (yang tidak diserap) akan diukur sebagai persen transmitansi (intensitas).⁷ Pendataan dilakukan dengan pencatatan intensitas transmitansi senyawa hidroksil sesuai dengan kriteria selama pengamatan menggunakan FTIR dengan mencari puncak gugus fungsi silanol atau senyawa hidroksil pada kisaran bilangan gelombang 3000 - 4000 cm^{-1} . Analisis data

dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif.

HASIL

Spektrum senyawa -OH ditunjukkan pada kisaran bilangan gelombang 3000-4000 cm^{-1} . Sampel MTA *Angelus*® menunjukkan senyawa -OH pada bilangan gelombang 3336,16 cm^{-1} . Sampel nano silika sekam padi metode sol-gel menunjukkan senyawa -OH pada bilangan gelombang 3347 cm^{-1} , sampel nano silika sekam padi metode pirolisis pada bilangan gelombang 3354 cm^{-1} . Hasil pemeriksaan nilai intensitas transmitansi senyawa -OH pada spektrum FTIR dikonfirmasi dengan melihat puncak pada bilangan gelombang ditunjukkan Gambar 1

Ketiga sampel uji melepaskan gugus fungsi -OH di kisaran gelombang 3000-3500. Sampel MTA *Angelus*® memiliki intensitas puncak transmitansi -OH yang lebih tinggi dibandingkan nano silika sekam padi metode sol-gel dan metode pirolisis.



Gambar 1. Spektrum FTIR gabungan antara MTA *Angelus*® (garis merah), nano silika sekam padi metode sol-gel (garis kuning) dan nano silika sekam padi metode pirolisis (garis biru).

Hal ini ditandai dengan semakin tajamnya puncak dan rendahnya nilai transmitansi yang ditunjukkan pada grafik. Gugus fungsi Si-O-Si ditunjukkan pada kisaran gelombang 1000 - 1200. Gugus fungsi Si-O-Si berada pada intensitas puncak yang lebih tinggi pada sampel nano silika sekam padi metode pirolisis dibandingkan metode sol-gel, sedangkan MTA *angelus*® tidak menunjukkan adanya

puncak transmitansi. Perbedaan yang signifikan terlihat pada sampel MTA *Angelus*® di kisaran bilangan gelombang 788,49 cm^{-1} yang menunjukkan puncak transmitansi gugus trikalsium silikat yang sangat tinggi dibandingkan sampel nano silika sekam padi metode pirolisis dan metode sol-gel. Pada bilangan gelombang 1386,96 cm^{-1} sampel MTA *Angelus*® menunjukkan ikatan gugus karbonat (CO_3^{2-})

Tabel 1. Perbandingan gugus-gugus fungsi yang dilepaskan antara MTA Angelus® dengan nano silika sekam padi metode sol-gel dan metode pirolisis

Bilangan gelombang cm^{-1}	MTA Angelus	Nano silika sol-gel	Nano silika pirolisis
609,71 - 650,05	-	Si-O-Si	Si-O-Si
778,34 - 788,49	Trikalsium Aluminat	Si-O-Si	Si-O-Si
1046,61- 1056,98	-	Si-O-Si	Si-O-Si
1386, 69 - 1400	C-H	-	-
1636, 55- 1638,23	O-H	O-H	O-H
2022,57 - 2022,97	H-Si-H-Si	H-Si-H-Si	H-Si-H-Si
2164,60 - 2164,88	$\text{C}\equiv\text{C}$ (alkena)	$\text{C}\equiv\text{C}$ (alkena)	$\text{C}\equiv\text{C}$ (alkena)
2503,70 - 2512,73	C-H	C-H	C-H
3339,16 - 3354,18	OH	OH	OH

yang tidak terdapat pada sampel nano silika sekam padi metode sol-gel dan pirolisis. Gugus-gugus fungsi pada spektrum FTIR yang dilepaskan oleh ketiga sampel tersebut dirangkum pada Tabel 1

PEMBAHASAN

Senyawa hidroksil pada permukaan nanopartikel silika menyebabkan permukaannya bersifat reaktif. Kereaktifan senyawa hidroksil menyebabkan senyawa ini dapat dimodifikasikan dengan senyawa kimia lainnya sehingga dapat diperoleh senyawa-senyawa silika lainnya. Permukaan nano silika memiliki dua gugus fungsional yaitu gugus silanol dan gugus siloksan. Gugus silanol memiliki satu atau lebih senyawa hidroksil (-OH). Gugus silanol pada permukaan nano silika memberikan karakteristik hidrofilik (polar), sedangkan gugus siloksan (Si-O-Si) memberikan karakteristik hidrofobik (non-polar).^{4,8} Proses modifikasi dipengaruhi oleh banyaknya gugus silanol. Semakin banyak jumlah senyawa hidroksil pada permukaan nano silika maka sifat permukaannya semakin reaktif.⁹

Sifat ini menyebabkan nanopartikel silika dapat berinteraksi dan bertranslokasi ke dalam membran sel dan organel, reaktif dengan sejumlah protein dan enzim, mempengaruhi absorpsi protein dan interaksi seluler. Interaksi ini dapat mempengaruhi aktivitas seluler.¹⁰ Senyawa -OH merupakan senyawa yang bersifat sangat reaktif dalam ikatannya dengan gugus silanol (Si-OH). Senyawa -OH pada permukaan

nano silika memberikan karakteristik hidrofilik. Sifat hidrofilik menyebabkan permukaan nano silika dapat dimodifikasikan dengan senyawa lain dan mampu memasuki sel dan mempengaruhi aktivitas biologis sel. Gugus siloksan disebut daerah absorpsi utama karena sifatnya yang reaktif.

Gugus fungsi siloksan bersifat tidak reaktif karena Si-O-Si merupakan pasangan elektron bebas pada oksigen sehingga menyebabkan ketidakmampuan siloksan untuk berikatan dengan reseptor atau senyawa lain.¹¹ Gugus silanol terbentuk pada permukaan nano silika melalui dua proses utama. Pertama grup silanol tersebut terbentuk dalam proses sintesis silika, misalnya larutan asam jenuh akan mengubah polimer menjadi partikel koloid bulat yang mengandung gugus Si-OH pada permukaannya. Proses berikutnya gugus -OH pada permukaan terbentuk sebagai hasil dari rehidroksilasi silika ketika dicampurkan dengan air atau larutan *aqueous*.¹²

Laju pembentukan HA pada permukaan silika dipengaruhi oleh kekerasan permukaan, ukuran dan distribusi pori-pori, muatan permukaan, kepadatan silika dan gugus silanol. Mekanisme nukleasi HA pada permukaan silika mesoporus diawali dengan lepasnya ion silikon oleh hidrolisis yang menstimulasi terbentuknya gugus Si-OH. Gugus Si-OH kemudian mengalami polikondensasi dan terjadi pertukaran ion H^+ dari silika dengan Ca^{2+} dari cairan tubuh (darah) sehingga terjadi pembentukan kalsium fosfat amorf pada permukaan silika. Lapisan kalsium fosfat amorphous kemudian akan mengalami kristalisasi dengan adanya ion karbonat (CO_3^{2-}) hingga terjadi pembentukan karbonat hidroksi apatit pada permukaan silika.¹⁰

Nilai absorbansi menunjukkan banyaknya frekuensi yang diserap oleh senyawa. Nilai absorbansi berbanding terbalik dengan nilai transmitansi frekuensi senyawa yang tidak diserap. Semakin tinggi nilai absorbansi, maka nilai transmitansi semakin rendah yang artinya senyawa yang dilepaskan atau diserap semakin tinggi.⁷ Kelompok MTA Angelus® memiliki nilai absorbansi senyawa -OH lebih tinggi dibandingkan nano silika sekam padi metode sol-gel dan pirolisis sedangkan nilai absorbansi nano silika sekam padi metode sol-gel lebih tinggi dibandingkan metode pirolisis. Semakin tinggi nilai absorbansi maka semakin tinggi senyawa atau gugus fungsi yang dilepaskan. Hasil ini menunjukkan bahwa MTA Angelus® melepaskan senyawa -OH lebih tinggi

dibandingkan kelompok nano silika sekam padi metode sol-gel dan pirolisis. Kelompok nano silika sekam padi metode sol-gel melepaskan senyawa -OH lebih tinggi dibandingkan metode pirolisis. MTA melepaskan senyawa -OH lebih tinggi disebabkan karena MTA tidak melepaskan gugus Si-O-Si, namun melepaskan senyawa fungsional kalsium silikat terhidrasi dan kalsium hidroksida.

Kalsium silikat hidrat ini mengandung komponen silika (SiO_2), sedangkan kalsium hidroksida ini kemudian terurai dan melepaskan ion kalsium dan hidroksil.¹³ Pada metode sol-gel, sifat permukaannya dipengaruhi oleh reaksi hidrolisis, kondensasi dan pH larutan katalis. Biasanya pada metode sol-gel, katalis yang digunakan adalah katalis asam seperti H_2SO_4 dan H_3PO_4 . Konsentrasi hidroksil pada metode sol-gel meningkat karena katalis asam dapat meningkatkan laju reaksi hidrolisis dibandingkan reaksi kondensasi.⁹ semakin tinggi suhu pemanasan pada metode pirolisis, maka gugus-gugus silanol terkondensasi dan membentuk gugus siloksan sehingga sifat permukaan semakin hidrofobik.¹⁴ Adanya perbedaan nilai pelepasan senyawa hidroksil diantara kelompok *MTA Angelus®*, nano silika sekam padi metode sol-gel dan pirolisis disebabkan karena terdapat perbedaan kandungan silika dan metode ekstraksi silika pada ketiga kelompok tersebut.

Mekanisme pengerasan MTA ditempuh dalam 3 tahapan. Tahap pertama terjadi pada saat bubuk MTA berkontak dengan aquades dengan reaksi $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + 6\text{H}_2\text{O}$, $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + 6\text{H}_2\text{O}$. Tahap kedua, trikalsium silikat dan trikalsium alumina bereaksi dengan air untuk membentuk $\text{Ca}(\text{OH})_2$, aluminium hidroksida, dan bentuk *amorphous* kalsium silikat (*ettringite*) dengan reaksi $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 + \text{H}_2\text{O}$, $\text{Ca}(\text{OH})_2 + 2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ dan $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + 6\text{H}_2\text{O}$, $3\text{Ca}(\text{OH})_2 + 2\text{Al}(\text{OH})_3$. Kemudian tahap ketiga terjadi ketika kalsium silikat secara progresif terhidrasi untuk membentuk gel hidrat silikat dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$, tertabur di dalam bentuk gel ini, menambah kekuatan semen yang sudah keras dengan reaksi $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 + x\text{H}_2\text{O}$, $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (*Amorphous*). Dari penjelasan tersebut dapat dilihat bahwa selama proses pengerasan dari MTA, terjadi penurunan kuantitas dari SiO_2 , dan juga peningkatan dari $\text{Ca}(\text{OH})_2$.^{15,16}

Perbandingan hasil uji analisis FTIR dari ketiga kelompok dapat dilihat pada gambar 1. Ketiga sampel ini dapat melepaskan gugus fungsi silanol (Si-OH). Perbedaan yang cukup signifikan antara *MTA*

Angelus® dengan nano silika sekam padi metode sol-gel dan pirolisis adalah daerah serapan pada bilangan gelombang 1000-1100 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan. Pada nano silika sekam padi metode pirolisis dan sol-gel menunjukkan puncak transmitan yang tajam dan dalam, sedangkan pada *MTA Angelus®* tidak menunjukkan adanya puncak transmitan pada bilangan gelombang tersebut. Hal ini disebabkan karena pada proses reaksinya MTA tidak melepaskan gugus siloksan.

MTA membentuk kalsium silikat hidrat dan kalsium hidroksida. Perbedaan lain terlihat pada sampel *MTA Angelus®* yaitu bilangan gelombang 1386,69 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan gugus karbonat (CO_3^{2-}) pada bilangan gelombang 788,49 cm^{-1} yang menunjukkan deposit kristal trikalsium aluminat dengan intensitas yang sangat tinggi, sedangkan nano silika sekam padi metode sol-gel dan pirolisis tidak menunjukkan adanya puncak transmitan pada kedua bilangan gelombang tersebut. Tujuan penelitian menganalisis perbedaan intensitas transmitansi pelepasan senyawa hidroksil yang dihasilkan oleh MTA, nano silika sekam padi hasil metode sol-gel dan pirolisis.

SIMPULAN

MTA menghasilkan intensitas transmitansi senyawa hidroksil paling tinggi, yang menandakan MTA dapat melepaskan gugus hidroksil paling banyak dibandingkan sampel nano silika sol-gel dan nano silika pirolisis.

DAFTAR PUSTAKA

1. Primathena I, Nurdin D, Farah Adang RA, Cahyanto A. Composition and functional groups evaluation of Indonesian Grey Portland cement as material for dental application. *Key Eng Mater.* 2018;782:256-61.
2. Yuliatun L, Riyawati A. Bahan dasar pembuatan mineral trioxide aggregate. Natrium Free Silica From Rice Husk Waste As a Basic Material for the Making of Agioregate Trioxide Aggregate. 2019; 1(1): 1-7. DOI: [10.35970/jppl.v1i1.38](https://doi.org/10.35970/jppl.v1i1.38)
3. Wooha S, Weiss D, Weitzmann MN, Jr-Beck GR. Applications of silica-based nanomaterials in dental and skeletal biology. 2nd ed. *Nanobiomaterial in clinical dentistry*; 2019. p. 77-112. DOI: [10.1016/B978-0-12-815886-](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815886-0)

- 9.00004-8
4. Chang SW. Chemical characteristics of mineral trioxide aggregate and its hydration reaction. *Restor Dent Endod*. 2012; 37(4): 188-93. DOI: [10.5395/rde.2012.37.4.188](https://doi.org/10.5395/rde.2012.37.4.188).
5. Permatasari N, Sucahya TN, Dani Nandiyanto AB. Review: Agricultural Wastes as a Source of Silica Material. *Indones J Sci Technol*. 2016; 1(1): 825. DOI: [10.17509/ijost.v1i1](https://doi.org/10.17509/ijost.v1i1)
6. Noushad Mohammed, Rahman Ismail Ab, Zulkifli Noor Sheeraz Che, husein Adam, Mohamad Dasmawati. Low Surface Area Nanosilica from an Agricultural Biomass for Fabrication of Dental Nanocomposites. 2013; 40: 4163-71. DOI: [10.1016/j.ceramint.2013.08.073](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.08.073)
7. Nandiyanto ABD, Oktiani R, Ragadhita R. How to read and interpret ftir spectroscopy of organic material. *Indones J Sci Technol*. 2019; 4(1): 97-118. DOI: [10.17509/ijost.v4i1.15806](https://doi.org/10.17509/ijost.v4i1.15806)
8. Mathew R, Turdean-Ionescu C, Yu Y, Stevensson B, Izquierdo-Barba I, García A, et al. Proton Environments in Biomimetic Calcium Phosphates Formed from Mesoporous Bioactive CaO- SiO₂- P₂O₅ Glasses in Vitro: Insights from Solid-State NMR. *J Phys Chem C*. 2017; 121(24): 13223-38. DOI: [10.1021/acs.jpcc.7b03469](https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b03469)
9. Tian L, Peng C, Shi Y, Xuan G, Zhong B, Qi J, et al. Effect of mesoporous silica nanoparticles on dentinal tubule occlusion: An in vitro study using SEM and image analysis. *Dent Mater J*. 2014; 33(1): 125-32. DOI: [10.4012/dmj.2013-215](https://doi.org/10.4012/dmj.2013-215).
10. Magdalena P, Katarzyna C, Andrian S, Wieslaw S. Preparation and in vitro characterisation of bioactive mesoporous silica microparticles for drug delivery applications. 2016; 60: 7-18. DOI: [10.1016/j.msec.2015.11.017](https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.11.017).
11. Yuhong F, Niyu Z, Yafei S, Xinlei G, Mindong C. Micromesoporous carbon from original and pelletized rice husk via one-step catalytic pyrolysis. *Bioresour Technol*. 2018; 269: 67-73. DOI: [10.1016/j.biortech.2018.08.083](https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.08.083)
12. Potapov VV. Density of Silanol Groups on the Surface of Silica Precipitated from a Hydrothermal Solution. *Russ J Phys Chem*. 2019; 80(7): 1119-28. DOI: [10.1134/S003602440607021](https://doi.org/10.1134/S003602440607021)
13. Sankar S, Sharma SK, Kaur N, Lee B, Kim DY, Lee S, et al. Biogenerated silica nanoparticles synthesized from sticky, red, and brown rice husk ashes by a chemical method. *Ceram Int*. 2016; 42(4): 4875-85. DOI: [10.1016/j.ceramint.2015.11.172](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.11.172)
14. Priyadarsini S, Mukherjee S, Mishra M. Nanoparticles used in dentistry: A review. *J Oral Biol Craniofac Res [Internet]*. 2018;8(1):58-67. DOI: [10.1016/j.jobcr.2017.12.004](https://doi.org/10.1016/j.jobcr.2017.12.004)
15. Dammaschke T, Goupy L. Focus on biodentine – an overview. 1st ed. Septodont case studies collection. Septodont : The dental pharmaceutical company. 2012; p. 4-9
16. Beck GR Jr, Ha SW, Camalier CE, Yamaguchi M, Li Y, Lee JK, Weitzmann MN. Bioactive silica-based nanoparticles stimulate bone-forming osteoblasts, suppress bone-resorbing osteoclasts, and enhance bone mineral density in vivo. *Nanomedicine*. 2012; 8(6): 793-803. DOI: [10.1016/j.nano.2011.11.003](https://doi.org/10.1016/j.nano.2011.11.003).