

**SINTESIS HIJAU NANOPARTIKEL NIKEL OKSIDA ($\text{Ni}_{1-\delta}\text{O}$)
NON-STOIKIOMETRIK CACAT KISI MENGGUNAKAN
EKSTRAK AIR DAUN BALAKACIDA (*Chromolaena odorata*)
MELALUI METODE HIDROTERMAL BERBANTUAN
GELOMBANG MIKRO DALAM KONDISI BASA**

SKRIPSI

Diajukan oleh:

IRHAMNI

NIM. 220704005

**Mahasiswi Fakultas Sains dan Teknologi
Program Studi Kimia**



**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI AR-RANIRY
BANDA ACEH
2026 M/1447 H**

LEMBAR PERSETUJUAN SKRIPSI

**SINTESIS HIJAU NANOPARTIKEL NIKEL OKSIDA (Ni_{1-x}O)
NON-STOIKIOMETRIK CACAT KISI MENGGUNAKAN
EKSTRAK AIR DAUN BALAKACIDA (*Chromolaena odorata*)
MELALUI METODE HIDROTERMAL BERBANTUAN
GELOMBANG MIKRO DALAM KONDISI BASA**

SKRIPSI

Diajukan Kepada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Ar-Raniry Banda Aceh
Sebagai Salah Satu Beban Studi Memperoleh Gelar Sarjana (S1)
dalam Ilmu/Prodi Kimia

Oleh:

IRHAMNI

NIM. 220704005

**Mahasiswi Fakultas Sains dan Teknologi
Program Studi Kimia**

Disetujui untuk Dimunaqasyahkan Oleh:

Pembimbing I,



Muslem, M.Sc.
NIDN. 2006069004

Pembimbing II,



Muhammad Ridwan Harahap, M.Si.
NIDN. 2027118603

Mengetahui,

Ketua Program Studi Kimia



Muhammad Ridwan Harahap, M.Si.
NIDN. 2027118603

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

SINTESIS HIJAU NANOPARTIKEL NIKEL OKSIDA (Ni_{1-x}O) NON-STOIKIOMETRIK CACAT KISI MENGGUNAKAN EKSTRAK AIR DAUN BALAKACIDA (*Chromolaena odorata*) MELALUI METODE HIDROTHERMAL BERBANTUAN GELOMBANG MIKRO DALAM KONDISI BASA

SKRIPSI

Telah Diuji Oleh Panitia Ujian Munaqasyah Skripsi
Fakultas Sains dan Teknologi UIN Ar-Raniry Banda Aceh dan Dinyatakan Lulus
Serta Diterima Sebagai Salah Satu Beban Studi Program Sarjana (S-1)
Dalam Ilmu/Prodi Kimia

Pada Hari/Tanggal: Jum'at, 23 Januari 2026

4 Sya'ban 1447 H

di Darussalam, Banda Aceh

Panitia Ujian Munaqasyah Tugas Akhir/Skripsi:

Ketua



Muslem, M.Sc.
NIDN. 2006069004

Sekretaris,



Muhammad Ridwan Harahap, M.Si.
NIDN. 2027118603

Penguji II



Dr. Khairun Nisah, S.T., M.Si.
NIDN. 2016027920

Penguji II



Bhayu Gita Bhernama, M.Si.
NIDN. 2023018901

Mengetahui:

Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Ar-Raniry Banda Aceh,



Prof. Dr. Ir. M. Dirhamsyah, M.T., IPU
NIDN. 0002106203

LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Irhamni
NIM : 220704005
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul : Sintesis Hijau Nanopartikel Nikel Oksida ($Ni_{1-\delta}O$) Non-Stoikiometrik Cacat Kisi Menggunakan Ekstrak Air Daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) Melalui Metode Hidrotermal Berbantuan Gelombang Mikro Dalam Kondisi Basa

Dengan ini menyatakan bahwa dalam penulisan skripsi ini, saya:

1. Tidak menggunakan ide orang lain tanpa mampu mengembangkannya dan mempertanggungjawabkan;
2. Tidak melakukan plagiasi terhadap naskah karya orang lain;
3. Tidak menggunakan karya orang lain tanpa menyebutkan sumber asli atau tanpa izin pemilik karya;
4. Tidak memanipulasi dan memalsukan data;
5. Mengerjakan sendiri karya ini dan mampu bertanggung jawab atas karya ini.

Bila dikemudian hari ada tuntutan dari pihak lain atas karya saya, dan telah melalui pembuktian yang dapat dipertanggungjawabkan dan ternyata memang ditemukan bukti bahwa saya telah melanggar pernyataan ini, maka saya siap dikenai sanksi berdasarkan aturan yang berlaku di Fakultas Sains dan Teknologi UIN Ar-Raniry Banda Aceh.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan tanpa paksaan dari pihak manapun.

Banda Aceh, 23 Januari 2026

Yang Menyatakan,



(Irhamni)

ABSTRAK

Nama : Irhamni
NIM : 220704005
Program Studi : Kimia

Judul : Sintesis Hijau Nanopartikel Nikel Oksida ($\text{Ni}_{1-\delta}\text{O}$) Non-Stoikiometrik Cacat Kisi Menggunakan Ekstrak Air Daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) Melalui Metode Hidrotermal Berbantuan Gelombang Mikro Dalam Kondisi Basa.

Tanggal Sidang : 23 Januari 2026
Jumlah Halaman : 74 lembar
Pembimbing I : Muslem, M.Sc.
Pembimbing II : Muhammad Ridwan Harahap, M.Si.

Kata Kunci : *Green Synthesis*, Nanopartikel NiO, *Chromolaena odorata*, Hidrotermal-Microwave

Nanopartikel nikel oksida (NiO) non-stoikiometrik memiliki potensi luas dalam berbagai aplikasi material fungsional, namun metode sintesis konvensional umumnya kurang ramah lingkungan. Sintesis hijau nanopartikel NiO menggunakan sumber hayati lokal menjadi alternatif yang menjanjikan untuk menghasilkan material ramah lingkungan dengan karakteristik terkontrol. Sintesis dilakukan menggunakan ekstrak air daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) sebagai agen penstabil melalui metode hidrotermal berbantuan gelombang mikro dalam kondisi basa dengan variasi pH 9, 10, dan 11, diikuti kalsinasi pada suhu 500 °C. Pendekatan ini bertujuan untuk memperoleh nanopartikel NiO non-stoikiometrik serta mengevaluasi pengaruh pH terhadap struktur kristal dan morfologi partikel. Karakterisasi dilakukan menggunakan UV-Vis, FTIR, XRD, SEM-EDX, dan LR-TEM. Hasil karakterisasi menunjukkan terbentuknya ikatan Ni–O dan fase NiO berstruktur kubik berpusat muka (FCC) dengan ukuran kristalit pada kisaran 15–20 nm. Peningkatan pH

menyebabkan penurunan *microstrain*, perubahan morfologi, serta peningkatan homogenitas partikel. Analisis EDX mengindikasikan rasio Ni/O yang tidak stoikiometrik akibat keberadaan kekosongan nikel. Kondisi pH 11 menghasilkan nanopartikel NiO dengan kristalinitas dan karakteristik struktural paling optimal, sehingga berpotensi untuk aplikasi material fungsional ramah lingkungan.



ABSTRACT

Name : Irhamni
Student ID : 220704005
Study Program : Chemistry
Title : *Chromolaena odorata* leaf aqueous extract-mediated green synthesis of defect-engineered non-stoichiometric nickel oxide ($Ni_{1-\delta}O$) nanoparticle via microwave-assisted hydrothermal method under alkaline condition
Tanggal Sidang : 23 January 2026
Number of Pages : 74 page
Advisor I : Muslem, M.Sc.
Advisor II : Muhammad Ridwan Harahap, M.Si.
Keywords : *Green Synthesis, NiO Nanoparticles, Chromolaena odorata, Hydrothermal-Microwave*

*Non-stoichiometric nickel oxide (NiO) nanoparticles have broad potential in various functional material applications, but conventional synthesis methods are generally less environmentally friendly. Green synthesis of NiO nanoparticles using local bioresources is a promising alternative to produce environmentally friendly materials with controlled characteristics. Synthesis was carried out using aqueous extract of balakacida leaves (*Chromolaena odorata*) as a stabilizing agent through a microwave-assisted hydrothermal method under alkaline conditions with pH variations of 9, 10, and 11, followed by calcination at 500 °C. This approach aims to obtain non-stoichiometric NiO nanoparticles and evaluate the effect of pH on the crystal structure and morphology of the particles. Characterization was carried out using UV-Vis, FTIR, XRD, SEM-EDX, and LR-TEM. The characterization results showed the formation of Ni–O bonds and a face-centered cubic (FCC) NiO phase with a crystallite size in the range of 15–20 nm. Increasing pH causes a decrease in microstrain, morphological changes, and an increase in particle homogeneity. EDX*

analysis indicated a non-stoichiometric Ni/O ratio due to the presence of nickel vacancies. A pH of 11 produced NiO nanoparticles with optimal crystallinity and structural characteristics, thus offering potential for environmentally friendly functional material applications.



KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim

Puji syukur kehadirat Allah *Subhanahu wa ta'ala* yang telah menganugerahkan Al-Quran sebagai *hudan lin nass* (petunjuk bagi seluruh manusia) dan *rahmatan lil'alamin* (rahmat bagi segenap alam). Sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi penelitian. Shalawat dan salam semoga tercurahkan kepada junjungan Nabi Besar Muhammad SAW beserta keluarganya, para sahabatnya dan seluruh umatnya yang selalu istiqomah hingga akhir zaman. Dalam kesempatan ini penulis mengambil judul skripsi penelitian “Sintesis hijau nanopartikel nikel oksida ($Ni_{1-x}O$) non-stoikiometrik cacat kisi menggunakan ekstrak air daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) melalui metode hidrotermal berbantuan gelombang mikro dalam kondisi basa”. Penulisan skripsi ini bertujuan untuk melengkapi tugas-tugas dan memenuhi syarat-syarat untuk menyelesaikan pendidikan pada Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi penelitian ini. Penulis mendapatkan banyak pengetahuan dan wawasan baru yang sangat berarti. Oleh karena itu, penulis tidak lupa mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Muhammad Dirhamsyah, MT., IPU., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.
2. Bapak Muslem, M.Sc., selaku Dosen Pembimbing I Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.
3. Bapak Muhammad Ridwan Harahap, M.Si., selaku Ketua Program Studi Kimia dan Dosen Pembimbing II Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.
4. Seluruh Bapak/Ibu Dosen dan Staf Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.

5. Bapak Dr. Abdul Mujahid Hamdan, M.Sc., selaku Dekan III Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh, yang memfasilitasi dana dan prasarana dalam pelaksanaan penelitian ini.
6. Ibu Nizar Mauliza, S.Si. dan kakak Rini Septi Mauli, S.Si., selaku laboran Program Studi Kimia, Laboratorium Multifungsi yang telah membantu penulis selama penelitian.
7. Teristimewa kepada ayahanda dan ibunda yang telah memberikan semangat yang luar biasa, memberikan dukungan moral dan material serta memberikan kasih sayang dan do'a kepada penulis yang tiada henti hingga selesainya skripsi ini.
8. Saudari Irhamna selaku sahabat serta saudara kandung yang selalu menemani dari awal hingga selama-lamanya yang telah memberi motivasi, semangat luar biasa, do'a dan selalu menjadi tempat keluh kesah dan bertukar cerita penulis hingga dapat selesainya skripsi ini.
9. Seluruh teman-teman seperjuangan kimia leting 2022 yang telah memberikan dukungan dan motivasi kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi penelitian ini.
10. Semua pihak yang turut membantu dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis mengucapkan banyak terima kasih atas bimbingan dan dorongannya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini, semoga segala bantuan dan doa yang telah diberikan mendapat balasan dari Allah SWT.

جامعة الرانيري

AR - RANIR

Banda Aceh, 23 Januari 2026

Penulis,

Irhamni

DAFTAR ISI

LEMBAR PERSETUJUAN SKRIPSI	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah	6
I.3 Tujuan Penelitian	7
I.4 Manfaat Penelitian	7
I.5 Batasan Masalah.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	8
II.1 <i>Green Synthesis</i>	8
II.2 Nikel Oksida (NiO).....	8
II.3 Daun Balakacida (<i>Chromolaena odorata</i>).....	9

II.4 <i>Microwave</i>	10
II.5 Nanopartikel.....	11
II.6 <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	12
II.7 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	13
II.8 <i>Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)</i>	14
II.9 <i>Transmission Electron Microscope (TEM)</i>	15
II.10 Spektrofotometer UV-Vis.....	16
BAB III METODE PENELITIAN	17
III.1 Waktu dan Lokasi Penelitian.....	17
III.2 Alat dan Bahan	17
III.2.1 Alat	17
III.2.2 Bahan.....	17
III.3 Prosedur Penelitian.....	17
III.3.1 Ekstraksi Daun Balakacida.....	17
III.3.2 Sintesis Nanopartikel NiO.....	18
III.3.3 Skrining Fitokimia.....	18
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	20
IV.I Data Hasil Penelitian	20
IV.1.1 Hasil Uji Taksonomi Daun Balakacida (<i>Chromolaena odorata</i>).....	20
IV.1.2 Hasil Skrining Fitokimia	20
IV.II Sintesis Nikel Oksida	21
IV.III Karakterisasi Nikel Oksida.....	23
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	34
V.1 Kesimpulan.....	34

V.2 Saran	34
DAFTAR PUSTAKA	36
LAMPIRAN.....	49



DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1. Balakacida (<i>Chromolaena odorata</i>)	10
Gambar II.2. <i>Instrument Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR).....	12
Gambar II.3. <i>Instrument X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	13
Gambar II.4. <i>Instrument Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray</i> (EDX).....	14
Gambar II.5. <i>Instrument Transmission Electron Microscope</i> (TEM).....	15
Gambar II.6. Instrumen Spektrofotometer UV-Vis	16
Gambar IV.1. Skema ilustrasi mekanisme pembentukan NiO NPs.....	22
Gambar IV.2. Spektrum FTIR NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9,10,11.	23
Gambar IV.3. Pola XRD NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9, 10, dan 11.	25
Gambar IV.4. Morfologi SEM dari NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9 (a-b), 10 (c-d), dan 11 (e-f).	28
Gambar IV.5. Analisis EDX dari NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9 (a), 10 (b), dan 11 (c).	30
Gambar IV.6. Analisis LR-TEM dari NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9 (a), 10 (b), dan 11 (c).	31
Gambar IV.7. Spektrum absorpsi NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9,10, dan 11.	33

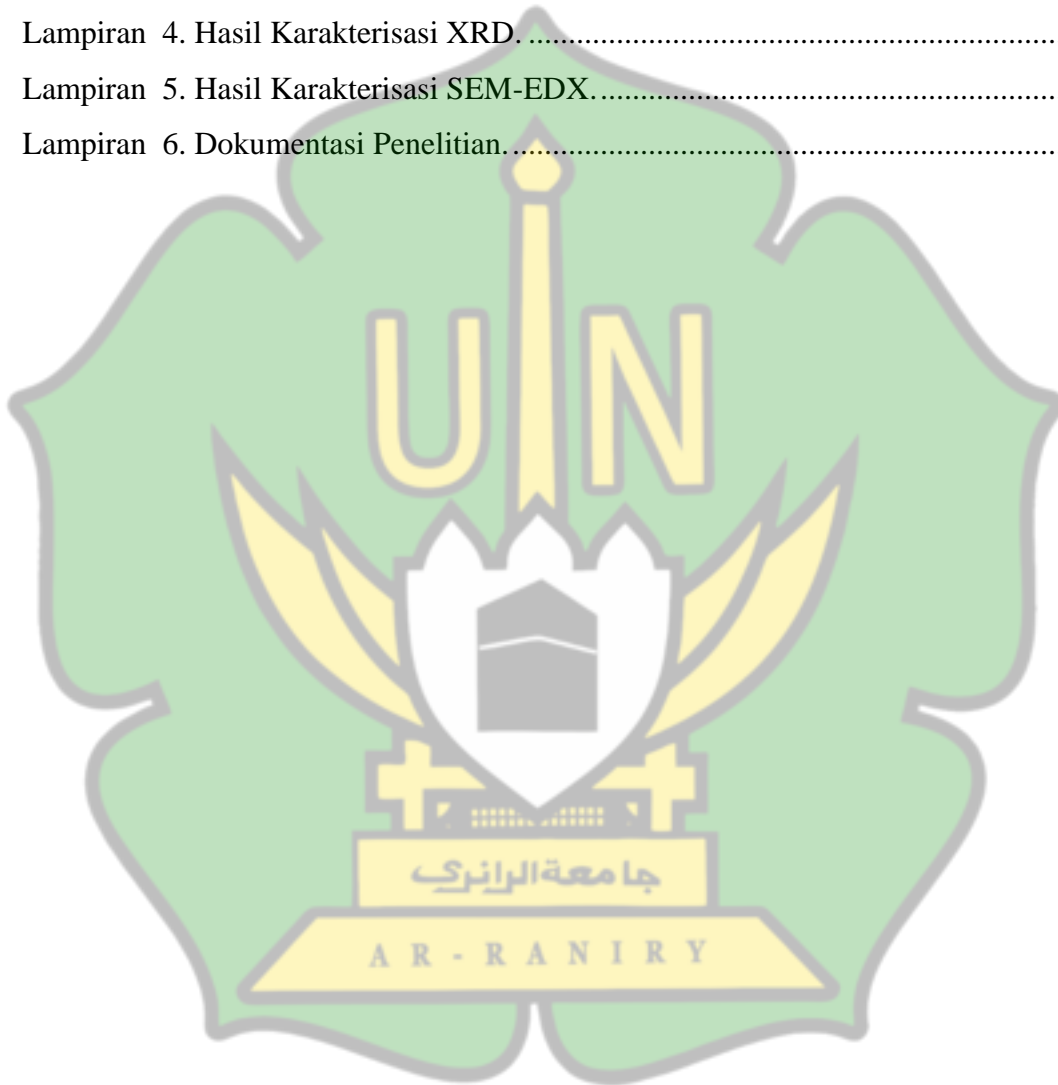
DAFTAR TABEL

Tabel IV.1. Data Taksonomi.....	20
Tabel IV.2. Hasil uji skrining fitokimia ekstrak daun Balakacida.....	21
Tabel IV.3. Ukuran kristal dan <i>microstrain</i> NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9, 10, dan 11.....	24



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Hasil Uji Taksonomi.....	49
Lampiran 2. Hasil Skrining Fitokimia.	50
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi FTIR.....	50
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD.....	51
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi SEM-EDX.....	52
Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian.....	55



DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

SINGKATAN	Nama	Pemakaian pertama kali pada halaman
NiO	Nikel Oksida	3
pH	<i>Power of Hydrogen</i>	2
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>	6
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>	6
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i>	6
EDX	<i>Energy Dispersive X-Ray</i>	6
LRTEM	<i>Low-Resolution Transmission Electron Microscopy</i>	6
UV-Vis	<i>Ultraviolet-Visible</i>	6
JCPDS	<i>Joint Committee on Powder Diffraction Standards</i>	24
FCC	<i>Face centered cubic</i>	24
nm	Nanometer	1
LAMBANG		
%	Persentase	8
°C	Skala Suhu	6
ε	<i>Lattice strain</i> (regangan kisi)	24
θ	Sudut difraksi	24
λ	Panjang gelombang sinar-X ($CuK\alpha$)	13
D	Ukuran kristalit rata-rata	24
β	Lebar puncak difraksi	25
δ	Nilai defisiensi oksigen/logam	i
<i>hkl</i>	Indeks Miller (arah bidang kristal)	14

At%	<i>Weight percentage</i> (persen berat unsur)	30
Wt%	<i>Atomic percentage</i> (persen atom unsur)	30



BAB I

PENDAHULUAN

I.I Latar Belakang

Nanoteknologi telah muncul sebagai bidang yang menjanjikan dalam pengembangan material canggih dengan sifat luar biasa dan beragam aplikasi. Di antara material ini, nanopartikel oksida logam telah menarik minat paling besar dalam beberapa tahun terakhir karena sifat optik, kimia, mekanik, elektronik, biologi, dan magnetiknya yang menarik. Sifat-sifat ini menjadikan oksida logam sebagai kandidat yang unggul untuk berbagai aplikasi, diantaranya semikonduktor, sensor, katalis, perangkat penyimpanan energi, dan agen antimikroba (Furqan dkk., 2023) (Heng dkk., 2024). Dalam konteks tersebut, suatu material dikategorikan sebagai nanopartikel (NPs) apabila dari sekumpulan atom penyusunnya memiliki setidaknya satu dimensi yang berukuran antara 1–100 nm. Ukuran kecil tersebut menyebabkan nanopartikel memiliki sifat fisikokimia yang berbeda dibandingkan material dalam bentuk massal (Wiesenthal dkk., 2011).

Berbagai metode fisik dan kimia telah digunakan untuk mensintesis nanopartikel, diantaranya ko-presipitasi, sol-gel, mikroemulsi, hidrotermal, *electrospray*, dan ablasi laser. Metode-metode ini dapat menghasilkan nanopartikel dengan kemurnian dan keseragaman bentuk partikel yang tinggi, tetapi memiliki kelemahan seperti produktivitas rendah, sitotoksitas tinggi, potensi antioksidan rendah, aktivitas antimikroba rendah, serta kurang ramah lingkungan karena melibatkan pelarut reduktor maupun stabilizer sintetik (Imran Din & Rani, 2016). Oleh karena itu, terdapat kebutuhan yang tinggi untuk mengembangkan pendekatan yang sederhana, aman, dan ramah lingkungan dalam pembuatan nanopartikel (Gemachu & Birhanu, 2024).

Sintesis hijau (*Green Synthesis/GS*) nanopartikel (NPs) mulai banyak diteliti dalam beberapa tahun terakhir. Dibandingkan dengan metode fisika dan kimia, metode sintesis hijau merekomendasikan cara yang lebih bersih, tidak beracun, serta ramah lingkungan karena melibatkan senyawa bioaktif dari mikroorganisme ataupun

tumbuhan sebagai agen reduktor atau stabilizer (Osman dkk., 2024). Konsep ini sekaligus sejalan dengan prinsip kimia hijau (Lithi dkk., 2025). Selain itu, pemanfaatan senyawa bioaktif alami yang berperan dalam proses reduksi dan stabilisasi dilaporkan dapat menghasilkan nanopartikel yang lebih stabil serta memiliki tingkat biokompatibilitas yang lebih tinggi (Pushpa dkk., 2025).

Dalam proses sintesis nanopartikel, kondisi pH yang lebih tinggi umumnya meningkatkan laju reaksi reduksi. Sebaliknya, pada pH rendah (di bawah 5), proses reduksi cenderung bersaing dengan reaksi oksidasi yang dapat menghambat pembentukan nanopartikel. Namun, pada pH yang terlalu tinggi (di atas 9-10), laju reduksi yang berlangsung sangat cepat dapat memicu terbentuknya agregasi nanopartikel (Laleh dkk., 2022). Kondisi pH merupakan parameter kunci dalam sintesis nanopartikel karena sangat memengaruhi mekanisme reduksi, nukleasi, serta stabilitas partikel yang terbentuk. Berbagai studi menunjukkan bahwa pH basa ringan merupakan kondisi ideal untuk pembentukan nanopartikel yang seragam dan stabil. Pada pH basa, gugus fungsional bioaktif seperti fenolik dan flavonoid mengalami ionisasi sehingga meningkatkan kemampuan reduksi ion logam serta efektivitasnya sebagai agen penstabil. Hal ini mendorong proses nukleasi yang lebih dominan dibandingkan pertumbuhan partikel, sehingga dihasilkan nanopartikel dengan ukuran lebih kecil, distribusi ukuran sempit, dan morfologi yang homogen. Selain itu, kondisi basa ringan meningkatkan muatan permukaan nanopartikel yang memperkuat gaya tolak-menolak elektrostatis antarpartikel, sehingga mencegah agregasi dan meningkatkan stabilitas koloid jangka panjang. Sebaliknya, kondisi pH yang terlalu asam atau terlalu basa cenderung menyebabkan agregasi, pengendapan, atau ketidakstabilan nanopartikel (Velgosova dkk., 2025).

Cabang ilmu material yang mempelajari sifat dan perilaku cacat dalam padatan kristal termasuk ke dalam cacat kimia. Cacat dalam material dapat timbul dari berbagai sumber, termasuk proses manufaktur, faktor lingkungan, dan sifat intrinsik material. Cacat dapat berdampak signifikan pada sifat fisik dan kimia material, termasuk sifat mekanik, optik, listrik, dan terutama sifat katalitiknya. Cacat dalam material dapat diklasifikasikan menjadi dua kategori utama yaitu cacat titik dan cacat

meluas. Cacat titik adalah cacat terlokalisasi yang terjadi pada satu situs kisi dalam struktur kristal. Cacat titik dapat diklasifikasikan lebih lanjut menjadi tiga jenis; cacat kekosongan, cacat interstisial, dan cacat substitusional. Cacat kekosongan terjadi ketika sebuah atom hilang dari situs kisinya, menciptakan kekosongan dalam struktur kristal. Cacat interstisial terjadi ketika sebuah atom menempati situs di antara titik-titik kisi dan cacat substitusi terjadi ketika satu atom digantikan oleh atom lain dari unsur yang berbeda (Luo & Wu, 2023).

Di antara berbagai oksida logam nanopartikel, salah satu yang menarik perhatian adalah Nikel Oksida (NiO) (Usumaningrum dkk., 2022). NiO unik karena rentan terhadap temperatur sintesis yang sangat memengaruhi kondisi struktur dan sifat fisiknya. Sintesis temperatur tinggi cenderung menghasilkan NiO stoikiometrik (NiO bulk, Ni₁₋₁O) sedangkan temperatur rendah cenderung menghasilkan NiO non-stoikiometrik (*nickel vacancy*, Ni_{1-δ}O). NiO stoikiometrik memiliki sifat elektronik bersih (*band structure* dan lokalisasi elektron rapi), konduktivitas relatif rendah dan stabil (Liu dkk., 2021), struktur kristal teratur (Nie dkk., 2024) dan stabilitas termal tinggi sehingga banyak diaplikasikan sebagai material optik dan magnetik, Mott–Hubbard insulator (Ivanova dkk., 2025), buffer layer hingga material tahan panas (Franta dkk., 2005). Berlawanan dengan itu, NiO non-stoikiometrik memiliki situs dan migrasi vakansi (Egbo dkk., 2020) yang menyebabkan reaktivitas redoks Ni²⁺/Ni³⁺ (Liu dkk., 2021), adsorpsi permukaan dan konduktivitas tipe-p (Dubey dkk., 2018) yang tinggi sehingga banyak diaplikasikan sebagai material elektroda penyimpanan energi (Silva dkk., 2020), sensor gas, resistive RAM, Hole Transport Layer (HTL) hingga elektrokatalis (Duan dkk., 2021). Selain itu, NiO dikenal juga melimpah di alam, rendah biaya, toksisitas rendah dan ramah lingkungan. Laporan lain juga menyebutkan NiO hasil *green synthesis* menunjukkan luas permukaan yang besar dan stabilitas struktur yang baik (Hamdan, Sardi, dkk., 2024). Selain itu, uji sifat elektronik juga menghasilkan kapasitansi spesifik yang tinggi, siklus stabilitas yang baik, serta efisiensi coulombic (rasio muatan listrik) yang konsisten. Hal ini mengindikasikan potensi besar aplikasi NiO berbasis *green synthesis* sebagai bahan aktif dalam perangkat penyimpanan energi ramah lingkungan (Bulla dkk., 2024).

Sintesis hijau nanopartikel NiO menggunakan ekstrak tanaman didasari pada pemanfaatan senyawa metabolit seperti flavonoid, fenol, terpenoid dan asam organik yang ramah lingkungan sebagai agen penstabil. Selain itu, metabolit tersebut larut cukup baik dalam air sehingga menaikkan level kimia hijau yang bebas pereaksi dan pelarut organik sintetik (Nisah dkk., 2025) (Hamdan, dkk., 2024). Penelitian terkait sintesis nanopartikel NiO berbasis ekstrak tanaman saat ini terus berkembang pesat karena keunikan komposisi metabolit dari keberagaman jenis tanaman berbeda maupun keberagaman ekosistem dari tanaman yang sama. Perbedaan komposisi tersebut memengaruhi berbagai aspek sintesis maupun produk diantaranya laju nukleasi, pertumbuhan kristal, morfologi, distribusi ukuran, serta stabilitas partikel NiO yang terbentuk (Jadoun dkk., 2021). Oleh karena itu peneliti terus mencari korelasi antara kandungan fitokimia ekstrak tertentu dengan sifat fungsional NiO sehingga dapat dirancang sintesis yang lebih terkontrol, ramah lingkungan, dan sekaligus menghasilkan material dengan performa spesifik untuk berbagai aplikasi yang sesuai (Y. Zhang dkk., 2021).

Daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) merupakan spesies berlimpah daerah tropis dengan pertumbuhan sangat cepat. Selama ini, tumbuhan tersebut dikenal sebagai gulma pengganggu terutama dalam sektor perkebunan. Tanaman ini dilaporkan mengandung metabolit sekunder seperti flavonoid, saponin, tanin, polifenol, dan alkaloid yang cukup tinggi (Isnaini, 2022). Komposisi metabolit tersebut menjadikan Balakacida memiliki potensi besar sebagai agen pereduksi maupun penstabil dalam sintesis hijau nanopartikel. Molekul yang mengontrol ukuran sampel, memodifikasi komposisi kimia, modulasi permukaan, dan mengontrol interaksi antar partikel semuanya dapat digunakan untuk memodifikasi berbagai sifat nanopartikel (Alobaidi & Alwared, 2022). Ketersediaannya yang melimpah sebagai tanaman liar membuatnya sangat mendukung prinsip keberlanjutan (*sustainability*) dalam kimia hijau (Isnaini, 2022). Beberapa laporan menunjukkan ekstrak air Balakacida telah berhasil digunakan sebagai agen sintesis hijau pada sintesis nanopartikel Ag (Raja dkk., 2014) nanopartikel ZnO (Idris dkk., 2023) dan

nanopartikel TiO_2 dengan kemampuan penghambat aglomerasi dan penstabil yang sangat baik (Hashim & John, 2023).

Sintesis hijau nanopartikel NiO umumnya dilakukan melalui pendekatan konvensional seperti metode ko-presipitasi. Pada metode prekursor larutan nikel diendapkan dengan basa menjadi nikel hidroksida atau oksalat dan ukuran partikel dikontrol dan distabilkan dengan ekstrak tanaman. Proses sintesis dilakukan pada temperatur tertentu yang diatur melalui pemanasan reactor yang seringkali kurang terdistribusi merata yang memengaruhi pembentukan nanopartikel. Pembentukan nanopartikel NiO selanjutnya diperoleh melalui proses kalsinasi (Rana dkk., 2020). Salah satu pendekatan lain yang mendapat perhatian luas saat ini adalah metode hidrotermal tandem microwave, keunggulan metode ini terletak pada distribusi panas yang lebih merata, waktu reaksi yang lebih singkat, serta efisiensi energi yang lebih baik, dibandingkan metode sintesis hijau konvensional (Gholamrezaei dkk., 2019). Dengan demikian, metode hidrotermal tandem *microwave* dapat dipandang sebagai solusi potensial sekaligus memperkuat nilai ramah lingkungan.

Metode *microwave-assisted hydrothermal* (MAH) menggabungkan konsep reaktor hidrotermal dan pemanasan microwave (Muslem dkk., 2019). Pada metode ini, reaksi dilakukan dalam media berair di dalam bejana tertutup pada suhu dan tekanan tertentu, sementara energi microwave digunakan untuk memanaskan larutan secara merata melalui mekanisme pemanasan dielektrik (Kuncaka dkk., 2021). Konsep ini memungkinkan proses pemanasan yang lebih cepat, efisien, dan homogen sehingga waktu reaksi dapat dipersingkat dengan energi pemanasan yang relatif rendah (Fariñas, 2025). Produk nanopartikel dari metode hidrotermal tandem microwave dilaporkan memiliki ukuran nanopartikel dengan ukuran dan morfologi seragam dengan kristalinitas yang cukup tinggi tanpa memerlukan bahan tambahan berbahaya (Nejati dkk., 2024). Selain unggul dalam hal kecepatan dan efisiensinya, metode hidrotermal tandem microwave juga mengusulkan proses sintesis yang lebih aman, peningkatan pemulihan unsur volatil, pengurangan kontaminasi, serta kompatibel diterapkan pada berbagai jenis sampel (Muslem dkk., 2024). Hal ini dikarenakan sistem tertutup pada metode ini memungkinkan pemanasan fase cair

hingga suhu yang sangat tinggi (200-300 °C) tapi tetap aman dari kehilangan materi maupun kontaminasi (Durand dkk., 2016). Metode ini efektif untuk menghasilkan nanopartikel sekaligus mengontrol ukuran partikel melalui pengaturan kinetika nukleasi dan pertumbuhan. Selain itu, sensitivitas lingkungan reaksi juga memungkinkan pengendalian bentuk produk akhir dengan baik sesuai dengan yang diinginkan (Schmidt dkk., 2022).

Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini akan difokuskan pada sintesis hijau nanopartikel NiO dengan memanfaatkan ekstrak daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) sebagai agen penstabil melalui metode hidrotermal tandem microwave. Optimasi pembentukan dan karakter nanopartikel dipelajari terhadap variasi pH basa, sedangkan derajat kristalinitas disempurnakan melalui proses kalsinasi. Nanopartikel NiO yang terbentuk selanjutnya akan dikarakterisasi menggunakan UV-Vis, FTIR, XRD, SEM EDX dan LR-TEM untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan interaksi biomolekul pada permukaan nanopartikel, fase dan struktur kristal, morfologi dan ukuran partikel, komposisi unsur serta ukuran pada skala nanometer. Dengan pendekatan ini diharapkan diperoleh nanopartikel NiO yang stabil, homogen dan berpotensi diaplikasikan dalam berbagai bidang fungsional.

I.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah yang dapat ditentukan berdasarkan latar belakang di atas adalah:

1. Apakah ekstrak daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) dapat dimanfaatkan sebagai agen sintesis hijau dalam pembentukan nanopartikel NiO non-stoikiometrik?
2. Bagaimana hubungan antara variasi pH basa dengan tingkat non-stoikiometri (rasio Ni/O) serta sifat optik nanopartikel NiO yang dihasilkan?
3. Pada kondisi pH berapakah nanopartikel NiO dengan karakteristik paling optimal (kristalinitas, homogenitas, dan cacat kisi) dapat diperoleh?

I.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas, tujuan penelitian ini adalah:

1. Mensintesis nanopartikel nikel oksida (NiO) non-stoikiometrik berbasis sintesis hijau menggunakan ekstrak daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) melalui metode hidrotermal berbantuan gelombang mikro.
2. Menganalisis pengaruh variasi pH basa terhadap sifat struktural, morfologi, ukuran kristal, dan cacat kisi nanopartikel NiO yang dihasilkan.
3. Menentukan kondisi pH optimum dalam menghasilkan nanopartikel NiO non-stoikiometrik dengan kristalinitas baik dan karakteristik fungsional yang unggul.

I.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian adalah sebagai berikut:

1. Memberikan kontribusi ilmiah dalam pengembangan sintesis hijau nanopartikel NiO non-stoikiometrik berbasis sumber hayati lokal.
2. Menambah pemahaman mengenai peran pH basa dalam pembentukan cacat kisi (*nickel vacancy*) pada NiO nanokristalin.
3. Menyediakan metode sintesis nanopartikel NiO yang lebih ramah lingkungan, hemat energi, dan efisien waktu.
4. Menjadi dasar pengembangan NiO non-stoikiometrik untuk aplikasi potensial seperti material elektroda, sensor gas, katalis, dan perangkat penyimpanan energi.

1.5 Batasan Masalah

1. Penelitian ini hanya membahas sintesis hijau nanopartikel nikel oksida (NiO) non-stoikiometrik menggunakan ekstrak air daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) sebagai agen penstabil.
2. Metode sintesis yang digunakan dibatasi pada metode hidrotermal berbantuan gelombang mikro dalam kondisi basa.
3. Variasi kondisi basa dalam penelitian ini dibatasi pada pH 9, 10, dan 11.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 *Green Synthesis*

Green synthesis merupakan metode yang ramah lingkungan, sintesis partikel menggunakan metode ramah lingkungan semakin populer pada bidang kimia dan teknologi material. Keunggulan metode *green synthesis* adalah ramah lingkungan, biaya murah, dan energi yang dibutuhkan tidak terlalu tinggi. *Green Synthesis* nanopartikel merupakan metode yang ramah lingkungan, ekonomis serta prosesnya cepat. Tumbuhan mengandung biomolekul seperti protein, alkaloid, flavonoid, senyawa polifenol dan terpenoid yang dapat mereduksi dan menstabilkan nanopartikel. Nanopartikel perak menggunakan bioreduktor tanaman lebih stabil dan lebih cepat daripada yang disintesis oleh mikroorganisme (Ahmad dkk., 2022).

Pada dasarnya *green-synthesis* melibatkan prinsip seperti meminimalkan beberapa limbah, penggunaan pelarut atau bahan pembantu yang ramah lingkungan, serta material yang terbarukan. Sehingga melalui pengembangan *green-synthesis* akan dapat dicapai teknologi rekayasa material yang ekonomis, berkelanjutan, dan lingkungan. Kebanyakan *green-synthesis* dari nanopartikel logam oksida mengadopsi material biologis seperti bakteri, fungi, alga, dan ekstrak tanaman. Ekstrak tanaman mengandung enzim, protein, flavonoid, dan terpenoid yang dapat berperan sebagai agen bioreduktor (Mustari1 dkk., 2019). Metode *green synthesis* adalah suatu metode yang memanfaatkan bahan biologis sebagai bahan reduktor alami yang dapat diperoleh melalui bahan alam yang mengandung senyawa antioksidan atau poliol yang dapat mereduksi logam (Susanti dkk., 2021).

II.2 Nikel Oksida (NiO)

Salah satu unsur logam yang sering digunakan dalam berbagai industri adalah Nikel. Logam Ni banyak digunakan karena mempunyai ketahanan yang bagus terhadap korosi, mudah dibentuk namun tetap kuat, serta merupakan katalisator dan konduktor yang bagus. Sumber nikel yang ada di dunia sekitar 60% tersedia dalam

wujud nikel oksida, atau sering disebut nikel laterit, sedangkan 40% sisanya berwujud endapan sulfida. Secara umum bijih laterit diklasifikasikan menjadi dua jenis, yaitu limonit dan saprolit. Bijih saprolit mempunyai kadar nikel sebesar 1.5 - 3.0 % dan bijih limonit mempunyai kadar nikel sebesar 1.0 -1.5 % (Nurfaidah dkk., 2020).

Nikel merupakan salah satu jenis laterit yang terbentuk akibat pelapukan batuan ultramafik umumnya terdapat pada daerah yang iklim tropis sampai dengan subtropis. Indonesia dikenal dengan salah satu negara utama penghasil bahan galian di dunia termasuk nikel. Di Indonesia sendiri, daerah yang banyak ditemukan endapan nikel adalah daerah Sulawesi, Maluku, dan pulau kecil-kecil di sekitarnya. Indonesia merupakan salah satu wilayah yang memiliki kandungan unsur logam berlimpah di dunia yang dibuktikan dengan banyaknya perusahaan tambang nikel (Ni) yang tersebar di berbagai wilayah kabupaten di daerah Sulawesi Tenggara (Dzakir dkk., 2022).

II.3 Daun Balakacida (*Chromolaena odorata*)

Tanaman Balakacida (*Chromolaena odorata* L) ialah satu diantara jenis tanaman obat yang terdapat di Indonesia. Daun Balakacida (*Chromolaena odorata* L) kaya akan flavonoid, tanin, dan saponin (Doli dkk., 2024). Kandungan fitokimia dari daun tanaman Balakacida (*Chromolaena odorata*) meliputi saponin, flavonoid, tanin, polifenol, terpenoid, dan minyak atsiri (Jagatheesh dkk., 2020). Tumbuhan herba dari famili *Asteraceae* merupakan sumber yang kaya akan senyawa bioaktif, misalnya 1,8-cineole, α -pinene, β -pinene, camphor, sabinene, dan kaempfer. *Chromolaena odorata* (L.) yang diidentifikasi oleh R. M. King dan H. Rob adalah salah satu tumbuhan tahunan dari famili *Asteraceae* dengan distribusi luas di wilayah neotropis dunia (Kota dkk., 2023).

Chromolaena odorata (Famili: *Asteraceae*), tanaman asli dari pesisir Odisha dengan keanekaragaman yang besar. Tanaman ini tumbuh cepat sebagai gulma, asli dari Amerika Selatan dan Tengah, dan dikenal luas sebagai gulma Siam. Ekstrak *C. odorata* yang diisolasi dari Afrika Selatan dilaporkan digunakan untuk luka, luka

bakar, kelainan jaringan lunak dan penyembuhan luka. Komponen kimia fenoliknya telah diidentifikasi sebagai fitokimia, alkaloid, tanin, flavonoid, dan beberapa senyawa fenolik lainnya (Bishoyi dkk., 2024).



Gambar II.1. Balakacida (*Chromolaena odorata*)
Sumber: (Dokumen Pribadi)

II.4 Microwave

Microwave merupakan pemanas buatan yang menggunakan energi gelombang mikro. Microwave mengacu pada gelombang mikro atau radiasi mikro, yang merupakan salah satu bentuk radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 1 nm hingga 1 meter (Trimawiasa dkk., 2022). Sampel yang berinteraksi dengan gelombang mikro dapat ditransmisikan, dipantulkan atau diserap. Prinsip dasar dari gelombang mikro yaitu pemanasan berdasarkan tumbukan langsung dengan material polar atau solvent. Keadaan ini diatur oleh dua fenomena yaitu konduksi ionik dan rotasi dipol.

Konduksi ionik mengacu pada perpindahan ion dalam medium yang terjadi sebagai respon terhadap gelombang mikro. Proses konduksi ionik gelombang mikro dapat terjadi pada berbagai jenis media, termasuk padatan, cairan, dan gas. Gelombang mikro dapat merangsang konduksi ionik dalam medium dengan berbagai mekanisme. Salah satu mekanisme utama adalah pemanasan dielektrik. Ketika gelombang mikro melewati media, energi elektromagnetiknya diserap oleh molekul-molekul dalam medium tersebut. Rotasi dipol pada gelombang mikro adalah fenomena dimana arah polarisasi gelombang mikro berputar saat melewati media

tertentu. Rotasi ini terjadi karena adanya perbedaan bias indeks antara media tersebut dan media sekitarnya. Rotasi dipol gelombang mikro terjadi ketika gelombang elektromagnetik dengan polarisasi linear melewati medium yang memiliki sifat optik anisotropik. Sifat anisotropik yaitu bahwa medium memiliki bias indeks yang berbeda-beda tergantung pada arah polarisasi cahaya yang melewatinya. Ketika gelombang mikro memiliki media anisotropik, arah polarisasinya akan berputar sejalan dengan perubahan bias indeks (Effendy dkk., 2020).

II.5 Nanopartikel

Untuk menangani dimensi nano dalam bidang nanoteknologi yang berkembang, metode tradisional untuk membuat nanopartikel memerlukan peralatan mahal atau bahan-bahan kelas atas. Namun, praktik tersebut mungkin tidak aman bagi lingkungan. Oleh karena itu, teknologi "hijau" mudah digunakan, nyaman, ramah lingkungan, dan ekonomis untuk sintesis nanopartikel. Sintesis nanopartikel hijau adalah cara baru untuk mensintesis nanopartikel menggunakan sumber biologis seperti tumbuhan, alga, jamur, bakteri, ragi, dan lain-lain (Bishoyi dkk., 2024).

Nanopartikel adalah suatu partikel material yang memiliki ukuran dalam skala nanometer, yaitu berkisar antara 1-100 nm. Ada beberapa jenis nanopartikel yang banyak dikembangkan yaitu nanopartikel emas, perak, besi, zink dan logam oksida (Susanti dkk., 2021). Aplikasi nanoteknologi dalam berbagai bidang seperti kimia, biologi, fisika, dan rekayasa genetika menjadi sangat menarik di beberapa tahun terakhir. Beberapa jenis pengembangan nanoteknologi yang sangat pesat yaitu nano-medicine, nanoemulsi dan nanopartikel. Penelitian tentang nano menjadi perhatian penting bagi peneliti dunia dikarenakan penelitian ini dapat diaplikasikan dengan sangat luas seperti dalam bidang biomedis, elektronik dan optik. Nanopartikel secara umum dapat disintesis menggunakan dua jenis metode yaitu metode kimia dan fisika. Dalam perkembangannya dengan mengikuti prinsip-prinsip *Green Synthesis* maka nanopartikel juga dapat disintesis dengan metode biologi. Metode *green synthesis* merupakan metode sintesis pembentukan nanopartikel logam dengan bantuan bahan

alam yang berasal dari organisme (tumbuhan dan mikroorganisme) baik darat maupun laut (Asworo dkk., 2023).

II.6 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Fourier Transformed Infrared (FTIR) merupakan salah satu alat atau instrumen yang dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi, mengidentifikasi senyawa dan menganalisis campuran dari sampel yang dianalisis tanpa merusak sampel. Daerah inframerah pada spektrum gelombang elektromagnetik dimulai dari panjang gelombang 14000 cm^{-1} hingga 10^{-1} . FTIR juga dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi. Spektroskopi FTIR dapat menganalisis adanya campuran dalam sampel tanpa merusak sampel yang akan dianalisisnya. Analisis spektroskopi inframerah mencakup beberapa metode yang berdasarkan atas absorpsi atau refleksi dari radiasi elektromagnetik. Bila suatu senyawa ditempatkan pada suatu pancaran inframerah, energi yang diserap menyebabkan perubahan-perubahan vibrasi ikatan. Spektrum inframerah yang dihasilkan merupakan informasi data yang kompleks, sehingga dapat menggambarkan secara menyeluruh karakteristik kimia suatu sampel (Abriyani dkk., 2024).



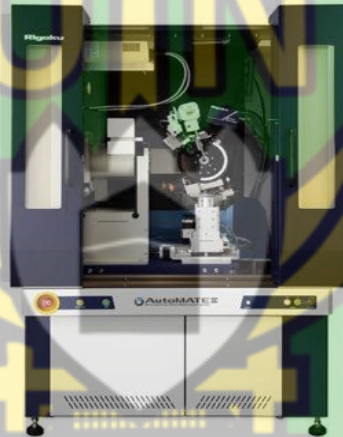
Gambar II.2. *Instrument Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*
Sumber: (Google)

Metode spektroskopi inframerah merupakan metode yang meliputi teknik serapan, teknik emisi, dan teknik fluoresensi. Komponen medan listrik yang berperan penting dalam spektroskopi biasanya hanya komponen medan listrik seperti transmisi,

pemantulan, pembiasan dan penyerapan. Metode FTIR sering digunakan dalam mengidentifikasi gugus fungsi senyawa karena spektrum yang dihasilkan spesifik untuk senyawa.

II.7 X-Ray Diffraction (XRD)

Uji *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan metode uji karakterisasi material yang memanfaatkan sinar X dalam mengidentifikasi jenis serta sifat kristal dari suatu material. Selain itu dari uji XRD ini juga dapat menganalisis padatan kristalin material. Pengujian XRD memiliki prinsip dasar yang digunakan yaitu dengan mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kristal tersebut dapat terjadi ketika difraksi ini berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom (Febriliani dkk., 2025).



Gambar II.3. *Instrument X-Ray Diffraction (XRD)*

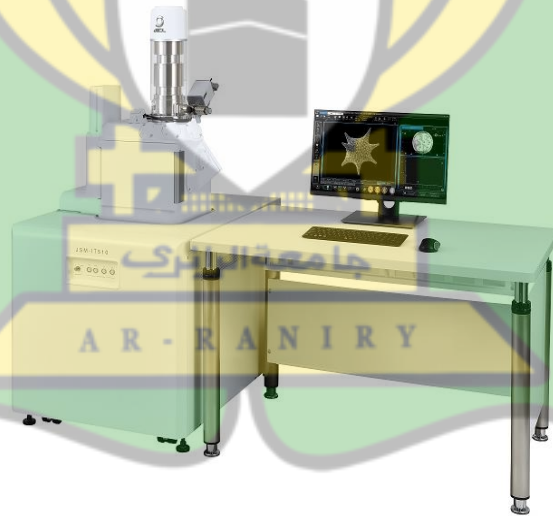
Sumber: (Google)

Difraksi Sinar-X (XRD) merupakan salah satu teknik yang paling serbaguna dan banyak digunakan untuk identifikasi kualitatif dan semi-kuantitatif fase kristal suatu material. Sifat non-destruktif teknik ini menjadikannya sangat penting karena kemampuannya untuk memperoleh sejumlah besar informasi dari sejumlah material yang relatif kecil. Ketika sinar-X berinteraksi dengan atom, dalam matriks periodik (material kristal), elektronnya menjadi sumber hamburan gelombang elektromagnetik ke segala arah dengan panjang gelombang (λ) radiasi insiden. Bidang yang dijelaskan

oleh indeks Miller (hkl), yang berorientasi dengan berkas insiden, mengikuti kondisi Bragg yaitu berinterferensi secara konstruktif, menghasilkan titik difraksi yaitu maksimum intensitas (Ghasempour-mouziraji dkk., 2024)

II.8 Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Salah satu instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi permukaan dari sampel padat secara langsung, dengan perbesaran 10-3000000x dan resolusi 1-10 nm yaitu merupakan instrumen dari *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray* (SEM). Alat dari SEM terdiri dari komponen utama yaitu terdiri dari 3 komponen lensa. SEM tidak hanya berlaku untuk mengidentifikasi struktur mikro suatu sampel yang berupa gambar dan fotografi. Namun metode SEM merupakan kospuskular antara elektron sumber dengan atom pada sampel. EDX merupakan pelengkap SEM untuk mengidentifikasi mineral magnetik. Prosesnya hampir sama dengan SEM dimana analisis terhadap karakteristik radiasi sinar X yang dipancarkan sampel oleh elektron sekunder yang akan menghasilkan informasi mengenai kandungan mineral dalam sampel (Didik dkk., 2021).

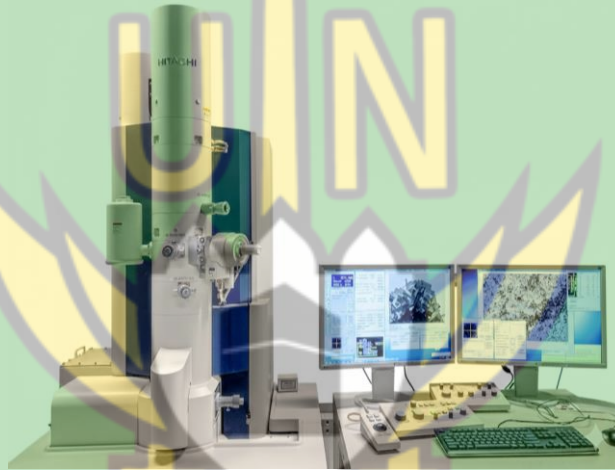


Gambar II.4. *Instrument Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray (EDX)*

Sumber: (Google)

II.9 Transmission Electron Microscope (TEM)

Transmission Electron Microscope (TEM) adalah sebuah instrumen atau alat yang dipakai dalam teknik penggambaran (imaging) dari sebuah struktur mikro, dimana sebuah sinar elektron ditransmisikan menembus spesimen yang sangat tipis. Gambar tersebut diperbesar dan terfokus pada sebuah sensor penangkap gambar (*imaging device*). TEM memiliki kemampuan untuk menghasilkan gambar dengan resolusi yang jauh lebih tinggi dari mikroskop cahaya, memungkinkan penggunaan TEM untuk menganalisis sebuah struktur secara detail bahkan meneliti struktur yang sangat kecil seperti sekumpulan atom yang berjajar yang mempunyai ukuran seribu kali lebih kecil dari objek yang dapat diamati pada mikroskop cahaya.



Gambar II.5. *Instrument Transmission Electron Microscope (TEM)*

Sumber: (Google)

TEM dapat membantu sebuah metode analisis pada bidang riset dan penelitian, baik secara ilmu fisik maupun ilmu biologi. Aplikasi penggunaan TEM dapat ditemui pada ilmu pengetahuan material seperti penelitian tentang semikonduktor. Cara kerja TEM dalam memfokuskan elektron didasarkan pada karakter elektron yang menyerupai gelombang karena bermuatan negatif. Kemudian elektron dibelokkan oleh medan magnet. Faktor yang memengaruhi TEM yaitu komposisi sampel dan kepadatan (Oktavia & Sutoyo, 2021).

II.10 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan salah satu metode instrumen yang paling umum digunakan dalam analisis kimia untuk mendeteksi senyawa (baik padat maupun cair) berdasarkan absorbansi foton. Agar sampel dapat menyerap foton dalam rentang UV-Vis (panjang gelombang foton 200 nm-700 nm), biasanya sampel perlu diproses atau mengalami derivatisasi, misalnya melalui penambahan reagen untuk membentuk garam kompleks dan lain sebagainya. Metode spektrofotometri UV-Vis memiliki keuntungan, antara lain selektivitas, tingkat ketelitian yang tinggi, dan analisis yang dapat dilakukan dengan cepat (Elsan & Minarsih, 2022).



Gambar II.6. Instrumen Spektrofotometer UV-Vis
Sumber: (Google)

BAB III

METODE PENELITIAN

III.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan mulai bulan September di Laboratorium Kimia Multi-fungsi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry.

III.2 Alat dan Bahan

III.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah reaktor hidrotermal-*microwave*, neraca analitik, corong kaca, erlenmeyer, gelas beaker, *hot plate*, *magnetic stirrer*, oven, pH meter, kertas saring, cawan porselen, FTIR (PerkinElmer Spectrum IR, Version 10.6.2, USA), XRD (Shimadzu D6000), SEM-EDX (JOEL Type JSM-6701F), LRTEM (Hitachi HT7700 Cu:Carbon (20 nm)) dan Spektrofotometer UV-Vis (LAMBDA 365+ PerkinElmer, USA).

III.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) yang diambil dari Rukoh, Kecamatan Syiah Kuala, Kota Banda Aceh, Indonesia (5,5780°N, 95,3650°E), nikel nitrat heksahidrat ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (CDH Delhi, India), asam klorida (HCl) (CDH Delhi, India), natrium hidroksida (NaOH) (CDH Delhi, India), aquadest dan aquabidest.

III.3 Prosedur Penelitian

III.3.1 Ekstraksi Daun Balakacida

Daun Balakacida yang dipetik yaitu daun yang paling tua karena dilaporkan mengandung metabolite sekunder yang optimal. Hal ini dilakukan karena daun tersebut sudah dalam keadaan fisiologis yang matang sehingga senyawa metabolit sekunder yang terkandung dalam kondisi maksimal. Identifikasi taksonomi melalui analisis morfologi dan kunci determinasi *Asteraceae* menunjukkan bahwa sampel daun merupakan spesies *Chromolaena*

odorata (L.) R.M. King & H. Rob. Daun yang baru dipetik dicuci dengan menggunakan aquadest. Daun yang sudah bersih dikeringkan menggunakan oven pada suhu 70 °C selama 24 jam. Daun kering dihaluskan hingga ukuran 200 mesh. Serbuk daun sebanyak 40 g diekstraksi dalam 1 L aquabidest dengan pengadukan selama 3 jam menggunakan magnetik stirer pada suhu 70 °C. Setelah pendinginan, ekstrak disaring menggunakan kertas saring Whatman No.41. Filtrat yang diperoleh selanjutnya digunakan langsung sebagai stabilizer pada sintesis nanopartikel NiO.

III.3.2 Sintesis Nanopartikel NiO

200 mL nikel nitrat 0,1 M dicampurkan dengan 200 mL ekstrak daun Balakacida dalam gelas beaker. Campuran dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* pada kecepatan 650 rpm. Selama proses pengadukan, pH larutan diatur pada variasi 9, 10 dan 11 menggunakan larutan NaOH 6 M atau HCl 6 M. 80 mL larutan tiap variasi pH tersebut dimasukkan dalam autoclave reactor dan diradiasi dengan microwave pada frekuensi 2450 MHz, daya 60 W dan temperatur 60 °C selama 30 menit dalam oven gelombang mikro komersial (MDS-6G (SMART) Sineo Shanghai, China). Larutan hasil sintesis disaring dengan kertas saring Whatman No. 41. Pasta yang diperoleh dicuci dengan aquabidest dan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 24 jam. Serbuk kering dikalsinasi pada suhu 500 °C menggunakan furnace selama 5 jam untuk memperoleh serbuk NiO NPs. Serbuk tersebut selanjutnya diseragamkan dengan saringan 200 mesh untuk proses karakterisasi.

III.3.3 Skrining Fitokimia

Uji fitokimia dilakukan untuk mengetahui kandungan senyawa aktif flavonoid yang terdapat pada ekstrak daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) (Marsella dkk., 2024):

- a. Uji Flavonoid:

Uji Flavonoid Ekstrak daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) diambil sebanyak 1 pipet kemudian dilarutkan menggunakan 0,5 mL etanol dan dihomogenkan. Ekstrak daun Balakacida ditambahkan 1 pipet HCl_(p) kemudian ditambahkan serbuk Mg secukupnya. Selanjutnya diamati adanya perubahan warna menjadi warna merah, kuning hingga jingga yang menandakan ekstrak daun Balakacida positif mengandung flavonoid.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.I Data Hasil Penelitian

IV.1.1 Hasil Uji Taksonomi Daun Balakacida (*Chromolaena odorata*)

Hasil pengujian taksonomi daun Balakacida atau dikenal dengan sebutan kirinyuh yang dilakukan di Laboratorium Biologi Multifungsi UIN Ar-Raniry, tercantum dalam Laporan Pengujian (Lampiran 1), mengindikasikan klasifikasi daun tersebut sebagai berikut:

Tabel IV.1. Data Taksonomi.

Klasifikasi	Hasil
Kingdom	Plantae
Divisi	Magnoliophyta
Kelas	Magnoliopsida
Ordo	Asterales
Familia	<i>Asteraceae</i>
Genus	<i>Chromolaena</i>
Spesies	<i>Chromolaena odorata</i> (L.) R.M. King & H. Rob.
Nama Lokal	Kirinyuh

Uji taksonomi dilakukan untuk mengetahui kebenaran dan ketetapan sampel yang dilakukan. Pengujian dilakukan di Laboratorium Biologi Multifungsi UIN Ar-Raniry Banda Aceh. Hasil pengujian menyatakan bahwa sampel yang diuji benar Balakacida (*Chromolaena odorata*) yang dapat dilihat pada tabel IV.1 di atas. Sampel yang digunakan berasal dari Rukoh, Kecamatan Syiah Kuala, Kota Banda Aceh.

IV.1.2 Hasil Skrining Fitokimia

Uji fitokimia dilakukan untuk mengetahui secara kualitatif kandungan senyawa yang terdapat pada ekstrak daun Balakacida menggunakan pereaksi

tertentu untuk pengujian warna. Pengujian fitokimia dilakukan untuk mengetahui keberadaan senyawa flavonoid.. Senyawa ini dilaporkan positif terdapat pada ekstrak daun Balakacida dan diidentifikasi dengan adanya perubahan warna pada sampel ekstrak yang akan diuji. Adapun hasil pengujian fitokimia dapat dilihat pada tabel IV.2

Tabel IV. 2 Hasil uji skrining fitokimia ekstrak daun Balakacida.

Senyawa metabolit sekunder	Ekstrak daun Balakacida
Flavonoid	+

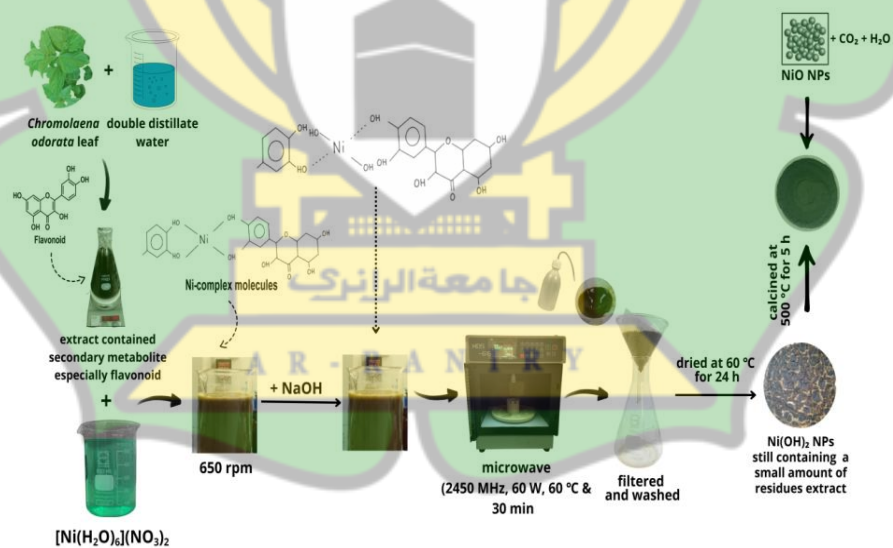
Berdasarkan hasil uji skrining fitokimia yang dilakukan terhadap ekstrak daun Balakacida, dapat dilihat bahwa pada bagian daun Balakacida positif mengandung flavonoid.

IV.II Sintesis Nikel Oksida

NiO disintesis melalui pendekatan *green synthesis* menggunakan reaktor *hydrothermal-microwave* pada daya rendah (60 W) dan suhu relatif rendah (60 °C) selama 30 menit, diikuti dengan proses kalsinasi pada suhu 500 °C. Kondisi ini menghasilkan lingkungan reaksi dengan energi termal terbatas namun laju pemanasan cepat, yang mendorong nukleasi cepat tetapi pertumbuhan kristal terbatas. Variasi pH (9, 10, dan 11) berperan penting dalam mengontrol keseimbangan antara nukleasi dan pertumbuhan kristal, di mana peningkatan pH meningkatkan konsentrasi OH⁻ yang memengaruhi stabilitas spesies prekursor Ni serta energi permukaan kristal selama proses pertumbuhan (Thanh dkk., 2014). Sistem ini secara inheren cenderung menghasilkan NiO nanokristalin dengan tingkat cacat struktural yang signifikan, terutama pada pH rendah (Istrate dkk., 2025).

Sintesis nanopartikel NiO dalam penelitian ini dilakukan melalui pendekatan sintesis hijau berbasis ekstrak daun *Chromolaena odorata* menggunakan metode hidrotermal tandem microwave dengan variasi pH 9, 10 dan 11. Pada metode sintesis hijau konvensional, pembentukan nanopartikel NiO diawali dengan stabilisasi spesies garam nikel oleh metabolit sekunder dari ekstrak tanaman dan dilanjutkan dengan

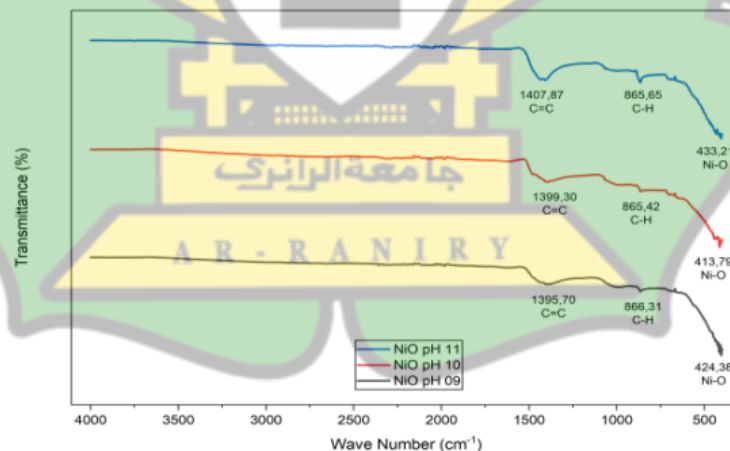
pengendapan $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dari larutan prekursor nikel menggunakan basa. Kondisi reaksi diatur pada pH dan temperatur tertentu secara konvensional. Produk yang terbentuk selanjutnya, dikalsinasi untuk menghasilkan fase NiO (Alamdari dkk., 2020). Metode ini relatif sederhana dan ramah lingkungan, hasil karakterisasi yang dilaporkan pada berbagai studi menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan sering memiliki distribusi ukuran partikel yang lebar, tingkat aglomerasi yang tinggi, serta kristalinitas yang sangat bergantung pada suhu kalsinasi tinggi. Kondisi ini menyebabkan konsumsi energi yang lebih besar dan kontrol pertumbuhan kristal yang kurang optimal. Sebaliknya, pada metode hidrotermal tandem microwave yang digunakan dalam penelitian ini, proses sintesis berlangsung dalam sistem tertutup berair dengan pemanasan dielektrik microwave yang merata. Kombinasi kondisi hidrotermal dan radiasi microwave memungkinkan terjadinya nukleasi cepat dan pertumbuhan kristal yang lebih terkontrol (Al-yunus dkk., 2024), sehingga menghasilkan nanopartikel NiO dengan struktur kristal yang lebih teratur. Mekanisme pembentukan nanopartikel NiO diilustrasikan pada Gambar IV.1.



Gambar IV.1. Skema ilustrasi mekanisme pembentukan NiO NPs.
Sumber: (Dokumen Pribadi)

IV.III Karakterisasi Nikel Oksida

Spektra FTIR menunjukkan kehadiran pita serapan vibrasi stretching Ni-O pada bilangan gelombang 413–433 cm^{-1} untuk ketiga variasi pH sintesis (Gambar IV.2). Pergeseran pita serapan antar NiO dari variasi pH mengindikasikan adanya perbedaan kondisi struktur (Nallathambi dkk., 2025). Kehadiran pita serapan pada rentang 1395–1408 cm^{-1} dan ≈ 866 dari semua variasi pH dikaitkan dengan vibrasi peregangan C=C dan vibrasi tekukan C-H (Khodair dkk., 2022). Kedua pita tersebut menunjukkan keberadaan residu karbon atau spesies karbon teradsorpsi dari ekstrak pada permukaan nikel oksida (Rathore dkk., 2021). Intensitas pita serapan karbon tersebut menurun seiring dengan kenaikan pH sintesis yang menunjukkan terjadi penurunan interaksi logam dengan senyawa metabolit sekunder dalam lingkungan tinggi ion hidroksida sehingga penghilangan residu karbon menjadi lebih efektif (Tolstorozhev dkk., 2014). Spektra FTIR juga menunjukkan bahwa tidak ada sedikitpun terdeteksi kehadiran puncak serapan -OH (3100-3500), C=O (1600-1800) maupun C-O (1000-1300). Hal ini mengindikasikan bahwa nikel sudah sepenuhnya bertransformasi dari fase hidroksida ke fase oksida tanpa terjadi pembentukan fase karbonat selama proses kalsinasi.



Gambar IV.2. Spektrum FTIR NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9,10, dan 11.

Pola difraksi sinar X menunjukkan ketiga produk hasil sintesis merupakan NiO FCC (Gambar IV.3). Hal ini didasari pada kemunculan puncak 2θ utama pada rentang $\approx 43-45$ (111)/(200) dan $\approx 62-63$ (220) (Dwivedi dkk., 2022). Proses kalsinasi juga efektif mengkonversi Nikel Hidroksida menjadi Nikel Oksida, ditandai dengan tidak ditemukannya puncak 2θ khas fase hidroksida pada ≈ 19.2 (001). Selain itu, puncak 2θ kuat dan tajam dari nikel fase metal murni pada ≈ 51.8 (200) dan ≈ 76.4 juga tidak teramati (kedua puncak yang teramati relatif lemah dan melebar) (Mahmoud dkk., 2025).

Terdapat penyimpangan intensitas relatif puncak 2θ dari nikel oksida sintesis terhadap pola difraksi NiO bulk (JCPDS). Kemunculan puncak 2θ double split pada $2\theta \approx 43$ dan ≈ 44 mengindikasikan kehadiran dua lingkungan kristal NiO dalam produk (Mikhnenko dkk., 2023). Selain itu, kehadiran puncak $2\theta \approx 51$ (pergeseran refleksi (220)) dan menghilangnya puncak $2\theta \approx 79.4$ mengindikasikan pola difraksi khas NiO nanokristalin kisi terdistorsi (defect kisi) dan non-stoikiometrik (Ni_{1-x}O) yang lazim ditemukan sebagai akibat dari *Nickel vacancy* (Gandhi & Wu, 2017) (Dubey dkk., 2018). Temuan ini menunjukkan bahwa orientasi pertumbuhan struktur NiO nanokristalin adalah tidak isotropic (kristal tidak tumbuh sama cepat ke semua arah), tetapi preferensial (kristal tumbuh cepat ke arah tertentu) (Hong dkk., 2021).

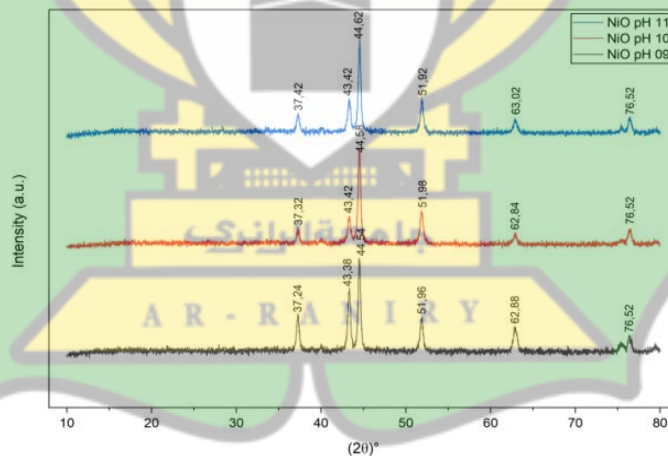
Tabel IV. 3. Ukuran kristal dan *microstrain* NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9, 10, dan 11.

Parameter	Variasi pH		
	9	10	11
D_{average} (nm) (Crystal size) (Scherrer equation)	15,5	19,0	19,3
ϵ (Microstrain) (Williamson-Hall equation)	$1,6 \times 10^{-3}$	$1,3 \times 10^{-3}$	$1,0 \times 10^{-3}$

Analisis Scherrer (Tabel IV.2) menunjukkan ukuran rata-rata nanokristalin NiO pada rentang 15-20 nm untuk ketiga variasi pH sintesis dengan persamaan Scherrer

yaitu $D = k\lambda/B \cos \theta$. Analisis Williamson-Hall (Tabel IV.2) menunjukkan nilai *microstrain* turun dengan meningkatnya pH saat sintesis dengan menggunakan persamaan $\beta_{\text{total}} \cos \theta = k\lambda/D + 4\varepsilon \sin \theta$. Hal ini menunjukkan bahwa keteraturan kristal meningkat dan distorsi kisi berkurang saat proses pertumbuhan kristal (Maniammal dkk., 2017) seiring dengan kenaikan pH.

Peningkatan intensitas dan ketajaman puncak pada produk NiO pH 11 menunjukkan pertumbuhan kristal yang lebih teratur dan ukuran kristal yang lebih besar. Sebaliknya, puncak yang lebih luas teramati pada NiO pH 10 dan 9 menunjukkan ukuran kristal yang lebih kecil dan adanya regangan kisi dalam struktur kristal NiO (Britto dkk., 2010). Temuan ini sejalan dengan penelitian sebelumnya yang menunjukkan bahwa pH secara signifikan memengaruhi laju nukleasi dan pertumbuhan kristal selama pembentukan nanopartikel. Dalam kondisi basa, ketersediaan ion OH^- mendorong pembentukan prekursor $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dengan cepat, yang selanjutnya akan terurai menjadi NiO dengan kristalinitas yang lebih baik. Kristalinitas yang ditingkatkan sering dikaitkan dengan sifat fungsional yang lebih baik, termasuk sifat magnetik dan konduktivitas listrik.



Gambar IV.3. Pola XRD NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9, 10, dan 11.

Peningkatan pH dapat mempercepat nukleasi, memperbesar ukuran kristal, dan meningkatkan keseragaman ukuran partikel pada nanopartikel (Chee & Lee, 2013).

pH mengatur laju nukleasi dan penggabungan partikel yang menentukan distribusi ukuran (Sivaraman dkk., 2010). Dengan demikian, pemilihan kondisi pH optimal sangat penting dalam menghasilkan NiO dengan kualitas derajat kristalinitas atau distribusi ukuran partikel yang diinginkan sesuai tuntutan aplikasi material tertentu.

Berdasarkan hasil XRD pada penelitian sebelumnya (Vita dkk., 2025) yang juga menggunakan metode hidrotermal, perbedaan pH menghasilkan perbedaan kualitas kristal yang cukup jelas. pH sintesis yang rendah menghasilkan intensitas puncak difraksi relatif lebih rendah dan puncaknya lebih lebar yang mengindikasikan ukuran kristalit lebih kecil disertai adanya ketidakteraturan struktur kristal atau adanya fase pengotor. Kondisi sintesis yang kurang basa menyebabkan proses nukleasi dan pertumbuhan kristal tidak berlangsung optimal. Dengan demikian, meskipun metode hidrotermal efektif dalam membentuk struktur kristal, pengaturan pH hingga kondisi basa kuat (pH 11) terbukti menjadi faktor kunci dalam meningkatkan intensitas puncak XRD dan kualitas kristal secara keseluruhan.

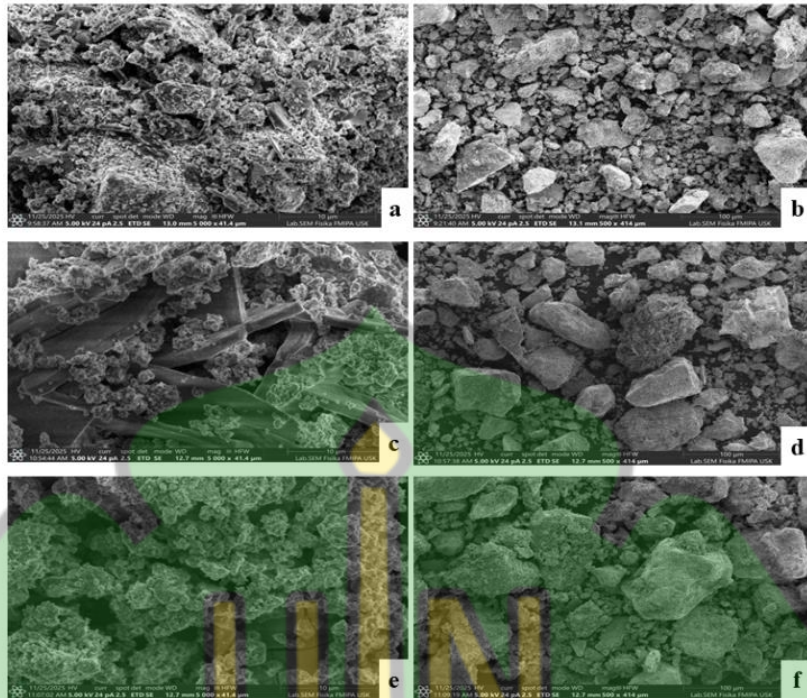
Pengamatan morfologi permukaan nanopartikel NiO yang disintesis pada variasi pH 9, 10, dan 11 menggunakan citra SEM menunjukkan kondisi partikel dan permukaan yang cukup beragam. Perbedaan pH menunjukkan pengaruh besar terhadap derajat aglomerasi partikel, sehingga berdampak terhadap morfologi permukaan dan ukuran partikel (Mechai dkk., 2024). Pada NiO pH 9 (Gambar IV.4 a-b), partikel membentuk agregat yang padat dan tidak beraturan yang menunjukkan aglomerasi yang intens. Morfologi yang berkelompok rapat ini dapat mengakibatkan berkurangnya porositas dan paparan permukaan aktif yang dapat membatasi efektivitas material dalam aplikasi katalitik atau elektrokimia (Nor Azmira S dkk., 2024).

Pada NiO pH 10 (Gambar IV.4 c-d), citra SEM menunjukkan morfologi permukaan dengan partikel besar yang tidak beraturan. Partikel-partikel besar ini tersusun dari unit yang jauh lebih kecil yang terlihat sebagai fragmen granular halus yang menempel pada permukaan partikel utama. Hal ini menunjukkan bahwa NiO pada ukuran nanometer mengalami aglomerasi kuat selama proses sintesis atau setelah proses kalsinasi sehingga menghasilkan bentuk kluster yang berukuran besar

(Salleh dkk., 2024). Permukaan partikel tampak kasar dan berpori yang menunjukkan bahwa setiap aglomerat tersusun dari banyak partikel kecil yang belum terdispersi sempurna. Pada kondisi pH yang belum optimal, konsentrasi ion OH^- yang terbatas dapat menyebabkan proses nukleasi berlangsung dengan lambat (Mechai dkk., 2024).

Pada NiO pH 11 (Gambar IV.4 e-f), terlihat transisi morfologi yang signifikan. Bentuk partikel pada permukaan terlihat lebih seragam. Pada pH tersebut, peningkatan ion OH^- mempercepat nukleasi sehingga menghasilkan gumpalan kecil hingga besar. Konsentrasi OH^- yang tinggi dapat mendorong nukleasi dengan cepat, sehingga partikel terbentuk dalam ukuran kecil sebelum akhirnya mengalami pertumbuhan lebih lanjut. Metode konvensional umumnya menghasilkan partikel dengan morfologi tidak seragam dan aglomerasi yang sangat dominan akibat pertumbuhan kristal yang tidak terkendali selama kalsinasi. Dalam penelitian ini, walaupun aglomerasi masih teramati yang merupakan karakter umum oksida logam nanopartikel, tingkat homogenitas morfologi dan distribusi ukuran partikel menunjukkan peningkatan yang signifikan, khususnya pada pH 10 dan 11 (Sun dkk., 2025).





Gambar IV.4. Morfologi SEM dari NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9 (a-b), 10 (c-d), dan 11 (e-f).

Hasil EDX menunjukkan rasio Ni:O yang lebih rendah dari stoikiometri NiO ideal (Gambar IV.5). Fraksi oksigen berada pada kisaran persen atom 45.1 (pH 9), 43.0 (pH 10), dan 47.5 (pH 11) persen. Sementara itu, fraksi nikel lebih rendah pada kisaran 23.9 (pH 9), 25.6 (pH 10), dan 14.1 (pH 11) persen. Rasio atom Ni/O yang lebih rendah dari NiO ideal ($\text{Ni:O} = 1:1$) mengindikasikan bahwa NiO yang terbentuk bersifat non-stoikiometrik. Kondisi ini lazim ditemukan pada NiO nanokristalin, terutama yang disintesis pada kondisi suhu relatif rendah dan laju pemanasan cepat seperti pada reaktor hidrotermal tandem microwave. Kelebihan atom oksigen dikaitkan dengan kondisi kekosongan nikel (*nickel vacancy*, V_{Ni}) (J. Zhang dkk., 2016). Fenomena ini umum terjadi pada pembentukan NiO tipe-p, di mana V_{Ni} berperan sebagai cacat dominan untuk menjaga keseimbangan muatan (Dubey dkk., 2018).

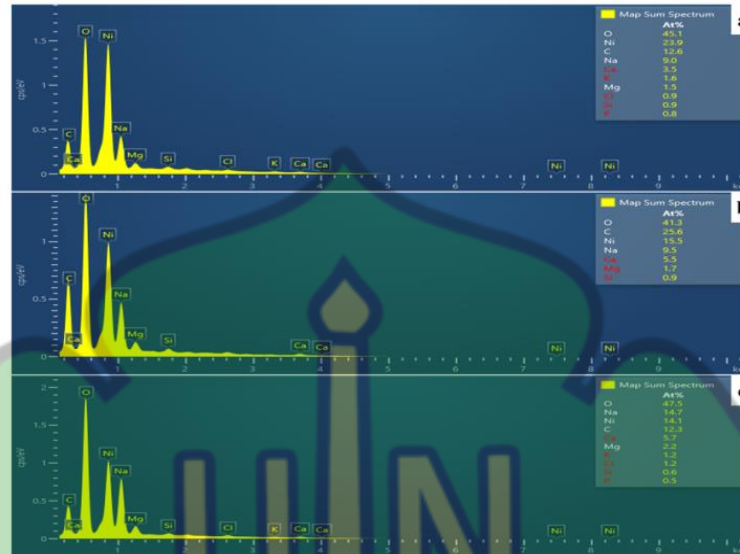
Kekosongan nikel yang teridentifikasi melalui analisis EDX dikuatkan dengan temuan distorsi kisi dan *microstrain* dari analisis difraksi sinar-X. Keberadaan unsur

karbon yang terdeteksi melalui analisis EDX dikaitkan dengan residu organik dari proses *green synthesis* yang teradsorpsi pada permukaan nanopartikel NiO (Abuzeid dkk., 2023). Tidak terdeteksinya fase karbon kristalin pada pola XRD menunjukkan bahwa karbon tersebut bersifat amorf dan tidak membentuk fase terpisah (Banerjee dkk., 2018). Karbon amorf ini terkonfirmasi melalui analisis EDX dan berperan dalam menghambat pertumbuhan kristal serta meningkatkan *microstrain* pada struktur NiO, sebagaimana tercermin dari fenomena pemisahan puncak difraksi sinar-X. Selain itu, kemunculan unsur minor Na, Mg, Si, Cl, K, Ca, dan S diprediksi berasal dari prekursor, pelarut, bahan biologis, atau kontaminasi jejak dari sistem reaktor dan lingkungan sintesis. Intensitas yang relatif rendah dari unsur-unsur pengotor tersebut menunjukkan bahwa kontribusinya terhadap struktur kristal NiO sangat minimal dan tidak mengganggu dominasi fase NiO nanopartikel yang dihasilkan (Mourdikoudis dkk., 2018).

pH sintesis juga menunjukkan pengaruh langsung terhadap rasio Ni/O. Produk NiO dari variasi pH 9 dan 10 menunjukkan kandungan Ni tertinggi dan rasio Ni/O paling mendekati nilai ideal, mengindikasikan bahwa pada pH ini proses presipitasi Ni(OH)₂ dan transformasi menjadi NiO berlangsung paling efisien dan homogen. Sebaliknya, pada pH 11 rasio Ni/O menyimpang lebih jauh dari stoikiometri NiO bulk. Penurunan drastis kandungan Ni hingga ~14 at.% disertai peningkatan O mengindikasikan ketidakstabilan komposisi lokal akibat pertumbuhan kristal yang sangat cepat dalam lingkungan basa kuat. Interpretasi ini sangat konsisten dengan NiO nanokristalin yang mengakomodasi *nickel vacancy* (V_{Ni}) sebagai cacat dominan untuk menjaga keseimbangan muatan.

Dominasi O dibandingkan Ni pada ketiga sampel terutama pada pH 11 menunjukkan bahwa cacat intrinsik utama dalam NiO hasil sintesis ini adalah *nickel vacancy*. Secara termodinamika, NiO stabil dalam kondisi kaya oksigen melalui pembentukan V_{Ni} yang menghasilkan NiO dengan sifat p-type semiconductor (Dubey dkk., 2018). Dengan demikian, variasi pH tidak hanya mengontrol morfologi dan ukuran kristalit, tetapi juga mengatur kepadatan dan jenis cacat kisi dalam NiO. pH 9 dan 10 menghasilkan NiO paling mendekati stoikiometri, sedangkan pH 11

mendorong terbentuknya banyak NiO nanokristalin cacat V_{Ni} , yang sangat relevan untuk aplikasi katalisis, sensor gas, dan material elektroaktif berbasis material NiO.

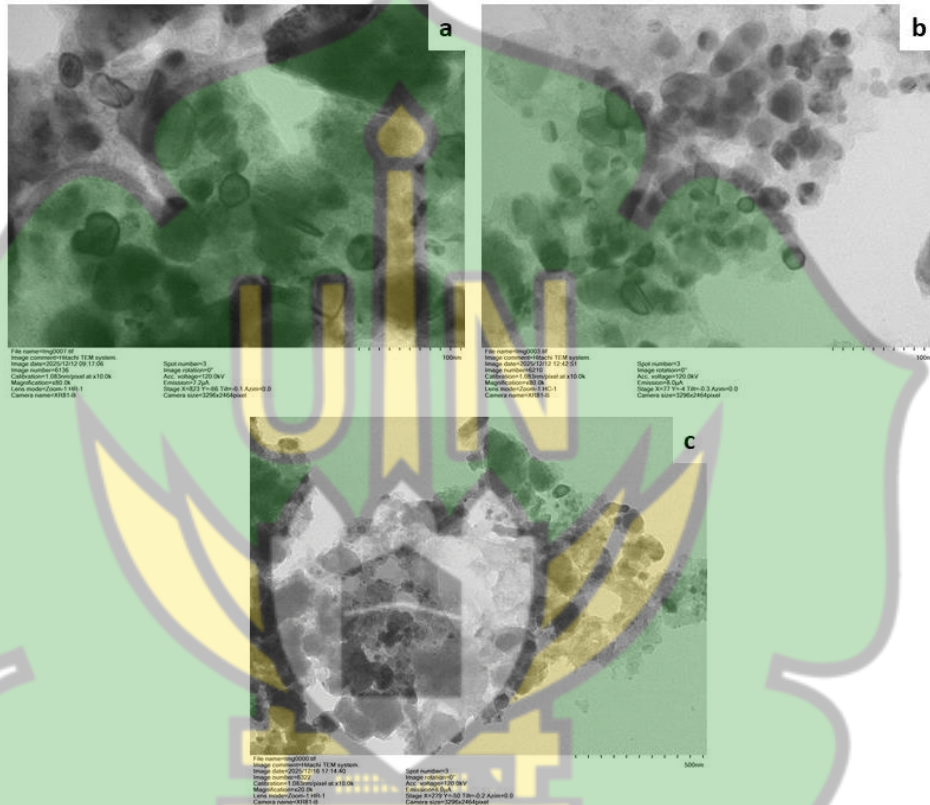


Gambar IV.5. Analisis EDX dari NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9 (a), 10 (b), dan 11 (c).

Analisis TEM menunjukkan semua produk NiO berukuran nanometer pada rentang 15-57 nm (Gambar IV.6), ukuran partikel diperoleh menggunakan *software image. J*. Bentuk partikel didominasi oleh kuasi-sferis (granular) hingga polygonal tak beraturan yang merupakan ciri khas NiO nanokristalin hasil presipitasi dan kalsinasi (Adinaveen dkk., 2019). Pada produk NiO pH 9 (Gambar IV.6 a), nanopartikel menunjukkan bentuk yang sangat tidak beraturan dan tersusun dalam bentuk aglomerat padat. Kontras-gelap yang dominan mengindikasikan area dengan ketebalan partikel yang lebih tinggi akibat tumpang tindih antar partikel. Batas antar partikel masih dapat diidentifikasi, menandakan bahwa partikel individual tetap terbentuk meskipun berada dalam kondisi saling berasosiasi (Moavi dkk., 2021). Ukuran partikel berada pada skala nanometer dengan rata-rata 21-52 nm serta memperlihatkan distribusi ukuran yang tidak seragam.

Pada produk NiO pH 10 (Gambar IV.6 b), nanopartikel NiO lebih terdispersi dibandingkan NiO pH 9. Bentuk partikel didominasi oleh granular dan sebagian tidak

beraturan. Aglomerasi masih teramati dengan tingkat kepadatan yang lebih rendah, sehingga batas partikel dapat diamati dengan lebih jelas. Ukuran partikel berada pada rentang 15-42 nm yang menunjukkan ukuran partikel yang lebih seragam. Kondisi ini mengindikasikan bahwa proses sintesis menghasilkan nanopartikel NiO yang relatif homogen, meskipun kecenderungan aglomerasi tetap terjadi.



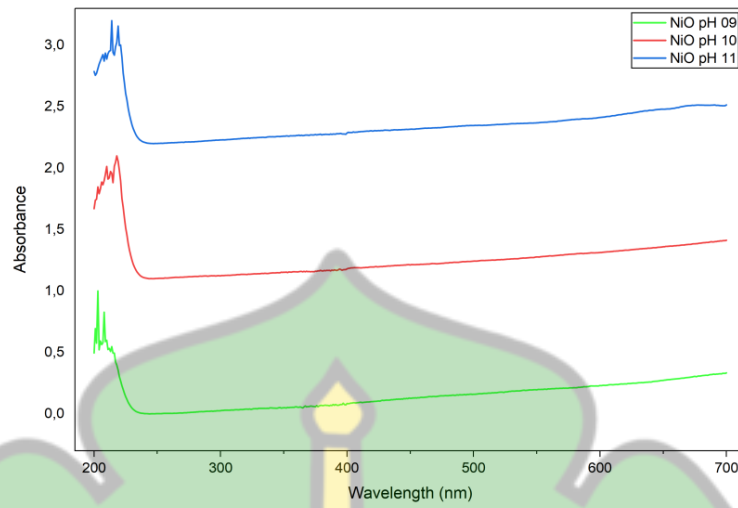
Gambar IV.6. Analisis LR-TEM dari NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9 (a), 10 (b), dan 11 (c).

Pada produk NiO pH 11 (Gambar IV.6 c), ukuran partikel relatif lebih besar dengan kisaran 29-57 nm. Distribusi partikel menunjukkan aglomerasi sekunder yang lebih kompleks dan tidak teratur. Hal ini mengindikasikan bahwa lingkungan basa kuat mendorong nukleasi yang sangat cepat, menghasilkan banyak partikel primer berukuran kecil yang kemudian saling menempel membentuk aglomerat berpori

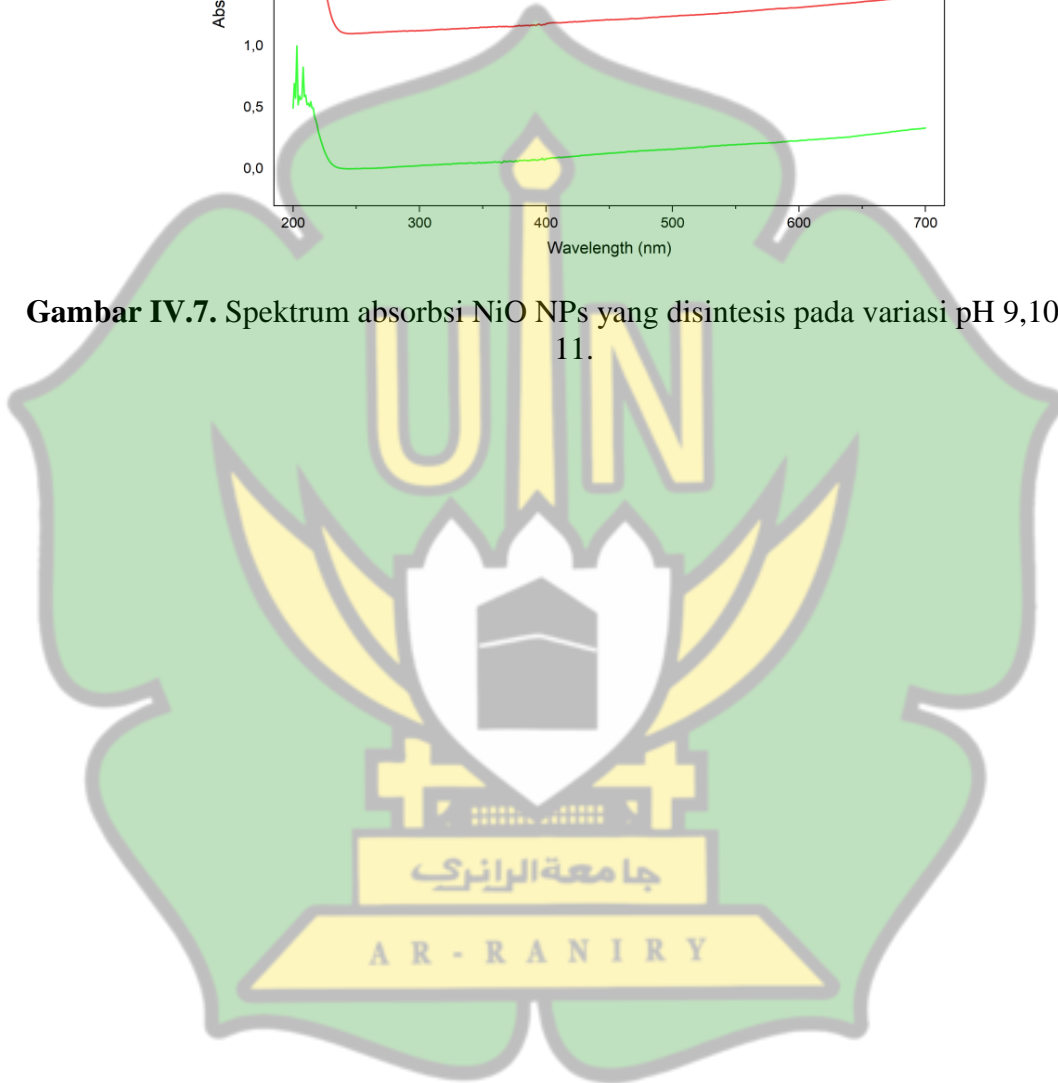
(Salleh dkk., 2024). Fenomena ini konsisten dengan karakter NiO nanokristalin kaya cacat (*nickel vacancy*) yang sebelumnya teridentifikasi dari analisis XRD dan EDX.

Spektrum UV–Vis nanopartikel NiO menunjukkan serapan kuat pada daerah ultraviolet rentang 200-220 nm yang merupakan karakteristik NiO nanokristalin dengan tingkat cacat struktur yang tinggi (Gambar IV.7). Serapan maksimum yang teramati muncul akibat dari transisi pita muatan dari ion O^{2-} ke Ni^{2+} dalam struktur kristal NiO. Serapan maksimum (λ_{maks}) produk NiO meningkat terhadap kenaikan pH 9-11 yaitu masing-masing pada 203 nm, 218 nm, dan 214 nm. Tingginya intensitas absorpsi pada pH 11 diakibatkan oleh ukuran partikel yang lebih kecil dan jumlah partikel yang lebih banyak (sesuai TEM), aglomerasi nanopartikel yang menyebabkan peningkatan hamburan cahaya, serta kepadatan cacat kisi (*vacancy*) yang lebih tinggi pada pH basa kuat. Baseline absorbansi terlihat semakin meningkat perlahan dari UV ke *visible* menunjukkan adanya *light scattering effect* khas suspensi nanopartikel (Hong dkk., 2021). Fenomena ini umum dijumpai pada oksida logam nanokristalin yang tidak sepenuhnya transparan di daerah tampak.

Nilai energi celah pita (*band gap*) yang dihitung menggunakan metode Tauc plot menunjukkan penurunan *band gap* seiring kenaikan pH yaitu 5,51 eV (pH 9), 5,40 eV (pH 10) dan 5,39 eV (pH 11). Nilai ini lebih tinggi dibandingkan NiO bulk (~3,6–4,0 eV), yang merupakan fenomena umum dan wajar pada NiO nanokristalin dengan ukuran kecil dan struktur non-stoikiometrik. Penurunan nilai *band gap* seiring peningkatan pH mengindikasikan meningkatnya kepadatan cacat kisi (*nickel vacancy*) yang menghasilkan *band tailing* dan penyempitan celah pita optik pada NiO nanokristalin. *Band gap* yang besar pada produk variasi pH 9 mengindikasikan dominasi *quantum confinement effect*, di mana ukuran kristalit yang kecil dan keteraturan struktur yang relatif lebih baik menyebabkan pelebaran celah pita energi (Bulla dkk., 2024). Seiring dengan meningkatnya pH sintesis dari 9 ke 11, terjadi penurunan bertahap nilai *band gap*, yang mengindikasikan meningkatnya kepadatan cacat kisi (*defect states*).



Gambar IV.7. Spektrum absorpsi NiO NPs yang disintesis pada variasi pH 9,10, dan 11.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan pembahasan dan data penelitian yang diperoleh, dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Ekstrak daun Balakacida (*Chromolaena odorata*) berhasil dimanfaatkan sebagai agen sintesis hijau dalam pembentukan nanopartikel nikel oksida (NiO). Senyawa metabolit sekunder dalam ekstrak berperan sebagai agen penstabil yang mendukung pembentukan NiO nanokristalin tanpa penggunaan pereaksi berbahaya, sehingga sintesis yang dihasilkan bersifat ramah lingkungan.
2. Variasi pH basa berpengaruh terhadap tingkat non-stoikiometri dan sifat optik nanopartikel NiO yang dihasilkan, di mana peningkatan pH menyebabkan penyimpangan rasio Ni/O dari kondisi stoikiometrik ideal akibat terbentuknya kekosongan nikel (*nickel vacancy*). Kondisi ini meningkatkan kepadatan cacat kisi yang selanjutnya berkontribusi terhadap penurunan nilai celah pita optik (*band gap*) nanopartikel NiO.
3. Kondisi pH 11 merupakan pH paling optimal dalam menghasilkan nanopartikel NiO non-stoikiometrik dengan karakteristik unggul, ditandai oleh kristalinitas yang lebih baik, kepadatan cacat kisi yang tinggi, sifat semikonduktor tipe-p, serta nilai celah pita optik yang lebih rendah. Karakteristik tersebut menjadikan NiO hasil sintesis pada pH 11 berpotensi besar untuk diaplikasikan sebagai material elektroda, katalis, dan sensor.

V.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, adapun saran dari peneliti adalah sebagai berikut:

1. Penelitian selanjutnya disarankan untuk mengkaji sifat listrik, elektrokimia, atau katalitik nanopartikel NiO yang dihasilkan guna mengonfirmasi potensi aplikatifnya.

2. Perlu dilakukan studi lanjutan mengenai pengaruh suhu kalsinasi dan waktu reaksi terhadap kepadatan cacat kisi dan performa material.
3. Disarankan untuk mengeksplorasi ekstrak tanaman lokal lain sebagai agen sintesis hijau guna membandingkan efektivitasnya terhadap pembentukan NiO non-stoikiometrik.



DAFTAR PUSTAKA

- Abriyani, E., Syalomita, D., Apriani, I. P., Puspawati, I., Adiputra, S., & Nadeak, Z. T. (2024). Pengaruh Pengolahan Termal Terhadap Struktur Molekul Material Polimer Studi Dengan Spektroskopi FTIR. *INNOVATIVE: Journal Of Social Science Research*, 4(1), 3424–3432.
- Abuzeid, H. M., Julien, C. M., Zhu, L., & Hashem, A. M. (2023). Green Synthesis of Nanoparticles and Their Energy Storage, Environmental, and Biomedical Applications. *Crystals*, 13(11), 1576. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/cryst13111576>
- Adinaveen, T., Karnan, T., & Selvakumar, S. A. S. (2019). Photocatalytic and optical properties of NiO added Nephelium lappaceum L . peel extract: An attempt to convert waste to a valuable product. *Heliyon*, 5(5). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e01751>
- Ahmad, A. A., Hindryawati, N., & Hiyahara, I. A. (2022). Green Synthesis Nanopartikel Perak Dengan Bantuan Gelombang Ultrasonik : Mini Review Green Synthesis Of Silver Nanoparticles Using Ultrasonic-Assited : *Prosiding Seminar Nasional Kimia*, 2(1), eISSN 2987-9922.
- Al-yunus, A., Al-arjan, W., Traboulsi, H., Schuarca, R., Chando, P., Hosein, I. D., & Hessien, M. (2024). Effect of Synthesis Conditions on CuO-NiO Nanocomposites Synthesized via Saponin-Green/Microwave Assisted-Hydrothermal Method. *Nanomaterials*, 14(3), 308. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/nano14030308>
- Alamdari, S., Ghamsari, M. S., Lee, C., Han, W., Park, H., Tafreshi, M. J., & Afarideh, H. (2020). Preparation and Characterization of Zinc Oxide Nanoparticles Using Leaf Extract of Sambucus ebulus. *Applied Sciences*, 10(10), 3620. <https://doi.org/10.3390/app10103620>

- Alobaidi, T. B., & Alward, A. I. (2022). Biosynthetic of Titanium Dioxide Nanoparticles Using Zizyphus Spina-Christi Leaves Extract : Properties. *Journal of Ecological Engineering*, 23(1), 315–324. <https://doi.org/https://doi.org/10.12911/22998993/143971> ISSN
- Asworo, R. Y., Widwastuti, H., & Widayanti, E. (2023). Sintesis Nanopartikel Perak menggunakan Ekstrak Kulit Sirsak sebagai Bioreduktor. *Indonesian Journal of Pharmaceutical Education*, 3(3), 467–475. <https://doi.org/10.37311/ijpe.v3i3.22310>
- Banerjee, D., Ghorai, U. K., Das, N. S., Das, B., Thakur, S., & Chattopadhyay, K. K. (2018). Amorphous Carbon Nanotubes – Nickel Oxide Nanoflower Hybrids: A Low Cost Energy Storage Material. *ACS omega*, 3(6), 6311–6320. <https://doi.org/10.1021/acsomega.8b00798>
- Bishoyi, A. K., Sahoo, C. R., Samal, P., Mishra, N. P., Jali, B. R., Khan, M. S., & Padhy, R. N. (2024). Unveiling the antibacterial and antifungal potential of biosynthesized silver nanoparticles from Chromolaena odorata leaves. *Scientific Reports*, 14(1), 7513. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-57972-5>
- Britto, S., Joseph, S., & Kamath, P. V. (2010). Distinguishing crystallite size effects from those of structural disorder on the powder X-ray diffraction patterns of layered materials. *Journal of Chemical Sciences*, 122(5), 751–756. <https://doi.org/10.1007/s12039-010-0063-2>
- Bulla, M., Kumar, V., Devi, R., Kumar, S., Sisodiya, A. K., Dahiya, R., & Mishra, A. K. (2024). Natural resource-derived NiO nanoparticles via aloe vera for high-performance symmetric supercapacitor. *Scientific Reports*, 14(1), 1–11. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-57606-w>
- Chee, S. S., & Lee, J. H. (2013). Effects of pH on tin nanoparticles prepared using a modified polyol synthesis. *Applied Mechanics and Materials*, 376, 93–96. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.376.93>

- Didik, L. A., Damayanti, I., Jumliati, & Lestari, P. D. A. (2021). Morphological Characteristics And Mineral Content Analysis Of Magnetic Minerals Based On River And Coastal Sand Using Sem-Edx. *Jurnal Sains Dasar*, 10(2), 44–50.
- Doli, D., Meutia, R., & Rusip, G. (2024). Efektivitas Ekstrak Daun Balakacida (*Chromolaena Odorata L*) Terhadap Hasil Isolasi Bakteri *Staphylococcus Aureus* Pada Pasien Ulkus Diabetik. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*, 8(2), 3717–3724.
- Duan, H., Chen, Z., Xu, N., Qiao, S., Chen, G., Li, D., Deng, W., & Jiang, F. (2021). Non-stoichiometric NiOx nanocrystals for highly efficient electrocatalytic oxygen evolution reaction. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 885, 114966. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2020.114966>
- Dubey, P., Kaurav, N., Devan, R. S., Okram, G. S., & Kuo, Y. K. (2018). The effect of stoichiometry on the structural, thermal and electronic properties of thermally decomposed nickel oxide. *RSC Advances*, 5882–5890. <https://doi.org/10.1039/c8ra00157j>
- Durand, A., Chase, Z., Townsend, A. T., Noble, T., Panietz, E., Durand, A., Chase, Z., Townsend, A. T., Noble, T., & Panietz, E. (2016). *Improved methodology for the microwave digestion of carbonate-rich environmental samples*. 7319(March). <https://doi.org/10.1080/03067319.2015.1137904>
- Dwivedi, S., Nayak, H. C., Parmar, S. S., Kumhar, R. P., & Rajput, S. (2022). Calcination Temperature Reflected Structural, Optical and Magnetic Properties of Nickel Oxide. *Magnetism*, 2(1), 45–55. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/magnetism2010004>
- Dzakir, L. O., Amir, M. K., Priyana, Y. L. O., & Kadar, M. I. (2022). Analisis Perbandingan Kadar MgO Dan SiO₂ Pada Nikel Kadar Rendah di Kabupaten Kolaka dan Kabupaten Kolaka Utara. *Jurnal Geomine*, 10(1), 43–50.

- Effendy, S., Aswan, A., Ridwan, K. A., Ramadhania, N., & Amanda, T. J. (2020). Pengaruh Daya Microwave Dalam Proses Pengolahan Minyak Mawar (Rosa Hybrida) Dan Minyak Ylang-Ylang (Cananga Odorata Genuine) Dengan Metode Microwave Hydrodistillation. *Jurnal Kinetika*, 11(03), 20–27.
- Egbo, K. O., Liu, C. P., Ekuma, C. E., & Yu, K. M. (2020). Vacancy defects induced changes in the electronic and optical properties of NiO studied by spectroscopic ellipsometry and first-principles calculations. *Journal of Applied Physics*, 128((13)). <https://doi.org/10.1063/5.0021650>
- Elsan, R., & Minarsih, T. (2022). Analisis Sildenafil Sitrat dalam Jamu Kuat menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Indonesian Journal of Pharmacy and Natural Product*, 5(1), 43–50.
- Fariñas, J. C. (2025). Microwave-assisted hydrothermal synthesis of nanocrystalline zirconia. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 64(4), 100445. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2025.100445>
- Febriani, A., Denny, Y. R., & Antarnusa, G. (2025). Analisis XRD Nanopartikel Fe₃O₄ Dengan Variasi Suhu Sintesis. *Jurnal FisTa : Fisika dan Terapannya*, 6(1), 14–18.
- Franta, D., Negulescu, B., Thomas, L., Richard, P., Mistri, J., Guyot, M., & Ohli, I. (2005). Optical properties of NiO thin films prepared by pulsed laser deposition technique. *Applied Surface Science*, 244((1-4)), 426–430. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2004.09.150>
- Furqan Alif, Miswar, D., & Abd. Mujahid Hamdan. (2023). Nickel Oxide (NiO) Nanotechnology For Anti-Fungal Applications: A Comprehensive Review Of Current Trends and Future Prospects. *Indonesian Journal of Environmental Sustainability*, 1(2), 1–7. <https://doi.org/10.22373/ijes.v1i2.3939>
- Gandhi, A. C., & Wu, S. Y. (2017). Strong Deep-Level-Emission Photoluminescence

in NiO Nanoparticles. *Nanomaterials*, 7, 231.
<https://doi.org/10.3390/nano7080231>

Gemachu, L. Y., & Birhanu, A. L. (2024). *Green Chemistry Letters and Reviews* Green synthesis of ZnO , CuO and NiO nanoparticles using Neem leaf extract and comparing their photocatalytic activity under solar irradiation. 8253.
<https://doi.org/10.1080/17518253.2023.2293841>

Ghasempour-mouziraji, M., Lagarinhos, J., Afonso, D., & Sousa, R. A. de. (2024). A review study on metal powder materials and processing parameters in Laser Metal Deposition. *Optics and Laser Technology*, 170, 110226.
<https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2023.110226>

Gholamrezaei, S., Ghiyasiyan-Arani, M., Salavati-Niasari, M., & Moayedi, H. (2019). Multidisciplinary methods (co-precipitation, ultrasonic, microwave, reflux and hydrothermal) for synthesis and characterization of CaMn₃O₆ nanostructures and its photocatalytic water splitting performance. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44(48), 26373–26386.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.08.141>

Hamdan, A. M., Maulida, Z., Lubis, S. S., Sardi, A., Reksamunandar, R. P., Nisah, K., & Malik, J. (2024). Harnessing hyperaccumulator (Brassica oleracea var. alboglabra) extract for green synthesis of nickel oxide nanoparticles: A prospective route for post phytoremediation. *Journal of Degraded and Mining Lands Management*, 11(4), 6427–6439.
<https://doi.org/10.15243/jdmlm.2024.114.6427>

Hamdan, A. M., Sardi, A., Reksamunandar, R., Prayuddy, Maulida, Z., Arsa, D. A., Lubis, S. S., & Nisah, K. (2024). Green synthesis of NiO nanoparticles using a Cd hyperaccumulator (Lactuca sativa L.) and its application as a Pb(II) and Cu(II) adsorbent. *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, 21, 100910.

- Hashim, S. E., & John, A. P. (2023). Green Synthesis of Silver Nanoparticles Using Leaves of *Chromolaena odorata* and its Antioxidant Activity. *Journal of Tropical Life Science*, 13(2), 305–310. <https://doi.org/10.11594/jtls.13.02.08>
- Heng, M. H., Win, Y. F., Seong, E., Cheah, G., Chan, Y. Bin, & Rahman, K. (2024). *Microwave-assisted green synthesis , characterization , and in vitro antibacterial activity of NiO nanoparticles obtained from lemon peel extract*. 1–14. <https://doi.org/https://doi.org/10.1515/gps-2024-0071>
- Hong, S., Mun, H., Kim, B., & Kim, Y. (2021). Characterization of Nickel Oxide Nanoparticles Synthesized under Low Temperature. *Micromachines*, 12(10), 1168. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/mi12101168>
- Idris, N. A., Aziz, N. A. A., Yusoff, H. M., Idris, N. H., Badar, N., Elong, K., Yusoff, F., Wai, C. P., & Hassan, N. (2023). Electrochemical Performance of Zinc Oxide Nanoparticles Prepared Via Green Synthesis Route Using *Chromolaena Odorata* Leaves Extract As Potential Anode Material in Sodium-Ion Battery. *Journal of Sustainability Science and Management*, 18(10), 126–137. <https://doi.org/10.46754/jssm.2023.10.008>
- Imran Din, M., & Rani, A. (2016). Recent Advances in the Synthesis and Stabilization of Nickel and Nickel Oxide Nanoparticles: A Green Adeptness. *International Journal of Analytical Chemistry*, 2016, 1–14. <https://doi.org/10.1155/2016/3512145>
- Isnaini, I. (2022). Synthesis of Silver Nanoparticles Balaccida Leaf Extract and Its Anti-Bacterial Activity of *E. Coli*. *Indonesian Journal of Chemistry and Environment*, 4(2), 57–64. <https://doi.org/10.21831/ijoce.v4i2.48402>
- Istrate, D., Oproescu, M., Modan, E. M., Moga, S. G., Negrea, D. A., & Schiopu, A. (2025). Nanoscale Nickel Oxide : Synthesis , Characterization , and Impact on Antibacterial Activity Against Representative Microorganisms. *ChemEngineering*, 9(4), 77.

<https://doi.org/https://doi.org/10.3390/chemengineering9040077>

- Ivanova, T., Harizanova, A., & Petkov, N. (2025). Optical , Electrical , and Structural Properties of NiO Thin Films , Derived by Sol – Gel Method. *Gels*, *11*((12)), 944. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/gels11120944>
- Jadoun, S., Arif, R., Jangid, N. K., & Meena, R. K. (2021). Green synthesis of nanoparticles using plant extracts: a review. *Environmental Chemistry Letters*, *19*(1), 355–374. <https://doi.org/10.1007/s10311-020-01074-x>
- Jagatheesh, S., Anandhi, D., Revathi, K., Sundaravalli, K., Vigila, J. J., & Devi, R. (2020). Biological Potential And Characterization Of Green Synthesized Silver Nanoparticles Using Chromolaena Odorata (Linn). *Annals of R.S.C.B*, *24*(1), 227–238.
- Khodair, Z. T., Ibrahim, N. M., Kadhim, T. J., & Mohammad, A. M. (2022). Synthesis and characterization of nickel oxide (NiO) nanoparticles using an environmentally friendly method, and their biomedical applications. *Chemical Physics Letters*, *797*, 139564. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2022.139564>
- Kota, S., Dumpala, P., Sajja, R., & Anantha, R. (2023). Trends in Phytochemical Research (TPR). *Trends in Phytochemical Research (TPR)*, *7*(3), 186–206. <https://doi.org/10.30495/tpr.2023.1990359.1363>
- Kuncaka, A., Rambe, M. R., Islam, H. P., Suherman, Suratman, A., & Muslem. (2021). Preparation and Characterization of Composite from Poly(vinyl chloride) Hydrochar and Hydrolyzate of Keratin from Chicken Feather by Hydrothermal Carbonization. *Asian Journal of Chemistry*, *33*(10), 2483–2488.
- Laleh, E. A., Karim, M., & Fatemeh, Y. (2022). The pH Role in Nanotechnology , Electrochemistry, and Nano-Drug Delivery. *Iran. J. Chem. Chem. Eng*, *41*(7), 2175–2188.
- Lithi, I. J., Ahmed Nakib, K. I., Chowdhury, A. M. S., & Sahadat Hossain, M. (2025).

- A review on the green synthesis of metal (Ag, Cu, and Au) and metal oxide (ZnO, MgO, Co₃O₄, and TiO₂) nanoparticles using plant extracts for developing antimicrobial properties. *Nanoscale Advances*, 7(9), 2446–2473. <https://doi.org/10.1039/d5na00037h>
- Liu, Y., Liu, X., Sun, H., Dai, B., Zhang, P., & Wang, Y. (2021). Tuning the Electrical Properties of NiO Thin Films by Stoichiometry and Microstructure. *Coatings*, 11 (6), 697. <https://doi.org/10.3390/coatings11060697>
- Luo, Y., & Wu, Y. (2023). Defect Engineering of Nanomaterials for Catalysis. *Nanomaterials*, 13, 1116. <https://doi.org/10.3390/nano13061116>
- Mahmoud, H. A., Ali, A. A. A., Ali, T. T., & Abu-zied, B. M. (2025). Nickel oxide nanoparticles catalyst for enhancing green hydrogen production: effect of preparation conditions. *BMC Chemistry*, 19(1), 285. <https://doi.org/10.1186/s13065-025-01646-4>
- Maniammal, K., Madhu, G., & Biju, V. (2017). X-ray diffraction line profile analysis of nanostructured nickel oxide: Shape factor and convolution of crystallite size and microstrain contributions. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, 85, 214–222. <https://doi.org/10.1016/j.physe.2016.08.035>
- Marsella, V. R., Aswat, M. R., & Erwin. (2024). Aktivitas Antioksidan Dan Toksisitas Ekstrak Ethanol Daun Balakacida (*Chromolaena odorata L.*). *Jurnal Kimia FMIPA Universitas Mulawarman*, eISSN 2987-9922, 10–17.
- Mechai, F., Shboul, A. Al, Bensidhoum, M. O., Anabestani, H., Ketabi, M., & Izquierdo, R. (2024). Influence of pH on Room-Temperature Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles for Flexible Gas Sensor Applications. *Chemosensors*, 12. <https://doi.org/10.3390/chemosensors12050083>
- Mikhnenko, M. D., Cherepanova, S. V, Gerasimov, E. Y., Pochtar, A. A., Bykova, M.

- V. A., Kukushkin, R. G., Yakovlev, V. A., & Bulavchenko, O. A. (2023). Defect Structure of Nanocrystalline NiO Oxide Stabilized by SiO₂. *Inorganics*, *11*(3), 97. <https://doi.org/10.3390/inorganics11030097>
- Moavi, J., Buazar, F., & Sayahi, M. H. (2021). Algal magnetic nickel oxide nanocatalyst in accelerated synthesis of pyridopyrimidine derivatives. *Scientific Reports*, *11*(1), 6296. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-85832-z>
- Mourdikoudis, S., Pallares, R. M., & Thanh, N. T. K. (2018). Characterization techniques for nanoparticles: comparison and complementarity upon studying nanoparticle properties. *Nanoscale*, *10*(27), 12871–12934. <https://doi.org/10.1039/c8nr02278j>
- Muslem, Kuncaka, A., Nur Himah, T., & Roto, R. (2019). Preparation of char-fe₃o₄ composites from polyvinyl chloride with hydrothermal and hydrothermal-pyrolysis carbonization methods as co(Ii) adsorbents. *Indonesian Journal of Chemistry*, *19*(4), 835–840. <https://doi.org/10.22146/ijc.29801>
- Muslem, M., Nufus, H., & Yulian, M. (2024). Chars From Hydrothermal and Hydrothermal Tandem Pyrolysis Carbonizations of Polyvinyl Chloride: Dechlorination Ability and Its Surface Characterization. *Elkawnie*, *10*(2), 289. <https://doi.org/10.22373/ekw.v10i2.25852>
- Mustari1, Evi.J, Noor, A., Rafsanjani, R. A., & Tiandho, Y. (2019). Green-Synthesis Nanopartikel SnO₂ Termediasi Ekstrak Daun Pelawan (Tristanopsis merguensis Griff.). *Jurnal EduMatSains*, *4*(1), 41–50.
- Nallathambi, D., Sangeetha, R., Geethapriya, J., & Nagoor Meeran, M. (2025). Green fabricated NiO spherical nanoparticles for photocatalytic assays of textile dye degradation. *Journal of the Indian Chemical Society*, *102*(4), 101580. <https://doi.org/10.1016/j.jics.2025.101580>
- Nejati, O., Tışlı, B., Yaşayan, G., Zaman, B. T., Torkay, G., Dönmez, M., Kayın, İ.,

- Bakirdere, S., & Bal-Öztürk, A. (2024). Microwave-assisted hydrothermal green synthesis of selenium nanoparticles incorporated with hyaluronic acid methacrylate/gelatin methacrylate hydrogels for wound healing applications. *Polymer Engineering and Science*, 64(1), 316–327. <https://doi.org/10.1002/pen.26549>
- Nie, T., Fang, Z., Ding, J., & Liu, S. F. (2024). Improving the efficiency and stability of nickel oxide perovskite solar cells with doping and surface treatment strategies. *Device*, 2(10). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.device.2024.100498>
- Nisah, K., Hamdan, A. M., Lubis, S. S., Aini, Z., Athika, Y., & Febrilia, D. (2025). Optimization and Treatment Characteristics for Green Synthesis of NiO Nanomaterials from White Broccoli (Brotrytis Cauliflower) Flower Extract with Varying pH, Temperature, and Stirring Speed. *Trends in Sciences*, 22(1), 1–14. <https://doi.org/10.48048/tis.2025.8798>
- Nurfaidah, A. Y., Lestari, D. P., Azzahra, R. T., & Suminar, D. R. (2020). Kajian Pustaka Pengaruh Suhu Dan Konsentrasi Terhadap Proses Pemisahan Nikel Dari Logam Pengotor Menggunakan Metode Leaching. *Jurnal Fluida*, 13(2), 81–92.
- Oktavia, I. N., & Sutoyo, S. (2021). Review Artikel: Sintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Tumbuhan Sebagai Bahan Antioksidan. *Unesa Journal of Chemistry*, 10(1), 37–54.
- Osman, A. I., Zhang, Y., Farghali, M., Rashwan, A. K., Eltaweil, A. S., Abd El-Monaem, E. M., Mohamed, I. M. A., Badr, M. M., Ihara, I., Rooney, D. W., & Yap, P. S. (2024). Synthesis of green nanoparticles for energy, biomedical, environmental, agricultural, and food applications: A review. In *Environmental Chemistry Letters* (Vol. 22, Nomor 2). Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/s10311-023-01682-3>
- Raja, P. B., Rahim, A. A., Qureshi, A. K., & Awang, K. (2014). Green synthesis of

- silver nanoparticles using tannins. *Materials Science- Poland*, 32(3), 408–413.
<https://doi.org/10.2478/s13536-014-0204-2>
- Rana, A., Yadav, K., & Jagadevan, S. (2020). A comprehensive review on green synthesis of nature-inspired metal nanoparticles: Mechanism, application and toxicity. *Journal of Cleaner Production*, 272, 122880.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.122880>
- Rathore, B. S., Chauhan, N. P. S., Jadoun, S., Ameta, S. C., & Ameta, R. (2021). Synthesis and characterization of chitosan-polyaniline-nickel(II) oxide nanocomposite. *Journal of Molecular Structure*, 1242, 130750.
<https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2021.130750>
- Salleh, N. A., Mohammad, A. H., Zakaria, Z., Deghfel, B., Yaakob, M. K., Rahiman, W., Kheawhom, S., & Mohamad, A. A. (2024). Microwave assisted synthesis of nickel oxide nanoparticles at different pH via sol gel method: Experimental and first-principles investigations. *Inorganic Chemistry Communications*, 164, 112415. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.inoche.2024.112415>
- Schmidt, R., Prado-Gonjal, J., & Moran, E. (2022). Microwave-Assisted Hydrothermal Synthesis of Nanoparticles. *arXiv preprint arXiv*, 561–572.
- Silva, T. R., Silva, V. D., Ferreira, L. ., Araújo, A. J. ., Morales, M. ., Simões, T. A., Paskocimas, C. ., & Macedo, D. . (2020). Role of oxygen vacancies on the energy storage performance of battery-type NiO electrodes. *Ceramics International*, 46((7)), 9233–9239.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.12.176>
- Sivaraman, S. K., Kumar, S., & Santhanam, V. (2010). Room-temperature synthesis of gold nanoparticles - Size-control by slow addition. *Gold Bulletin*, 43(4), 275–286. <https://doi.org/10.1007/BF03214997>
- Sun, C., Ge, M., Tan, S., Liu, Y., Wang, H., Jiang, W., & Zhang, S. (2025). *Research*

Progress on Microwave Synthesis of 3d Transition Metal (Mn , Fe , Co , and Ni) Oxide Nanomaterials for Supercapacitors. 1–24.
<https://doi.org/https://doi.org/10.3390/molecules30081843>

Susanti, Ramadhani, F., Soraya, M., & Afriani, F. (2021). Potensi Green-Synthesis Nanopartikel Perak Berbasis Bahan Floral Di Indonesia: Sebuah Review. *Seminar Nasional Penelitian*, 5(1), 174–176.

T.C, P., Chandra S, J., V. Binorkar, S., Pendakur, B., Pal, R., Joel Rodrigues, W., Chitti, R., Firdaus, J. ul, & Chella, M. (2025). Synthesis of Green Metal Nanoparticle using Medicinal plants extracts for Antimicrobial Activity. *Journal of Neonatal Surgery*, 14(8S), 133–143. <https://doi.org/10.52783/jns.v14.2510>

Thanh, N. T. K., Maclean, N., & Mahiddine, S. (2014). Mechanisms of Nucleation and Growth of Nanoparticles in Solution. *Chemical Reviews*, 114(15), 7610–7630. <https://doi.org/doi.org/10.1021/cr400544s>

Tolstorozhev, G. B., Bel’Kov, M. V., Skorniyakov, I. V., Shadyro, O. I., Ksendzova, G. A., & Sorokin, V. L. (2014). Intramolecular hydrogen bonds in the phenylazomethine biomolecules. *Optics and Spectroscopy (English translation of Optika i Spektroskopiya)*, 117(1), 44–48. <https://doi.org/10.1134/S0030400X14070236>

Trimawiasa, W., Sudiana, I. N., & Aba, L. (2022). Simulasi Efek Microwave pada Pemanasan Beberapa Komponen Dasar Bio-Oil. *Buletin Fisika*, 23(1), 34–42.

Usumaningrum, D. I. K., Adisantoso, E. K. O. P. R. H., Udiarti, D. A. N. T. E. T. Y. S., Kimia, J., Sains, F., Sunan, U. I. N., Djati, G., Nasution, J. A. H., Cipadung, N. A., & Barat, B. J. (2022). Pengaruh Surfaktan pada Sintesis Nikel (II) Oksida (NiO) dengan Metode Presipitasi untuk Penanganan Metilen Biru Secara Fotokatalisis. 7, 38–50.

Velgosova, O., Macák, L., Lisnichuk, M., & Varga, P. (2025). Influence of pH and

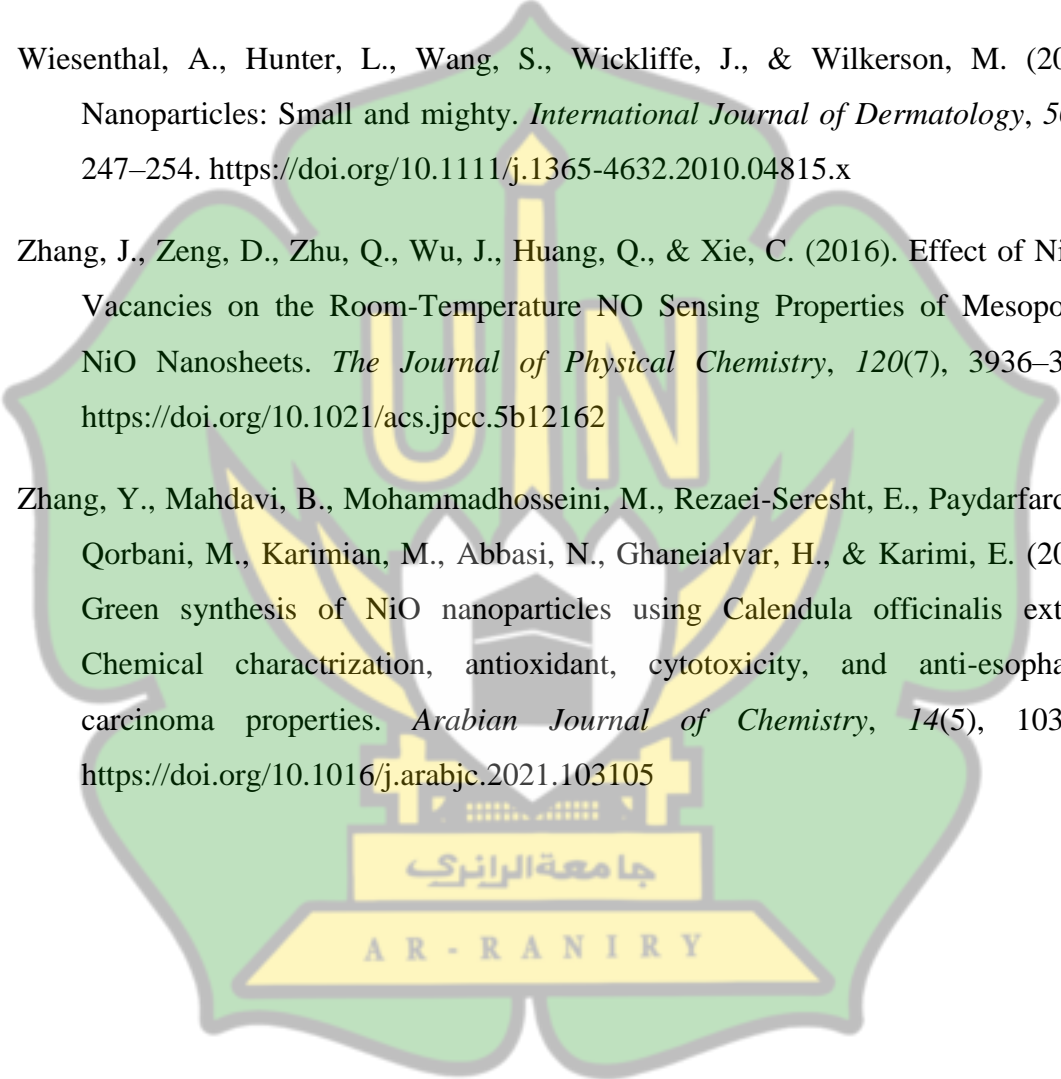
Temperature on the Synthesis and Stability of Biologically Synthesized AgNPs. *applied nano*, 6(22), 1–15.

Vita Amalia, Edi Mikrianto, R. Y. (2025). Studi Pengaruh Waktu Sintesis Hidrotermal Terhadap Ukuran Kristal dan Kristalinitas Oksida Logam Piroklor Tipe Fe₂Zr₂O₇. *Jurnal Natural Scientiae*, 5(01), 23–33.

Wiesenthal, A., Hunter, L., Wang, S., Wickliffe, J., & Wilkerson, M. (2011). Nanoparticles: Small and mighty. *International Journal of Dermatology*, 50(3), 247–254. <https://doi.org/10.1111/j.1365-4632.2010.04815.x>

Zhang, J., Zeng, D., Zhu, Q., Wu, J., Huang, Q., & Xie, C. (2016). Effect of Nickel Vacancies on the Room-Temperature NO Sensing Properties of Mesoporous NiO Nanosheets. *The Journal of Physical Chemistry*, 120(7), 3936–3945. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.5b12162>

Zhang, Y., Mahdavi, B., Mohammadhosseini, M., Rezaei-Seresht, E., Paydarfard, S., Qorbani, M., Karimian, M., Abbasi, N., Ghaneialvar, H., & Karimi, E. (2021). Green synthesis of NiO nanoparticles using *Calendula officinalis* extract: Chemical characterization, antioxidant, cytotoxicity, and anti-esophageal carcinoma properties. *Arabian Journal of Chemistry*, 14(5), 103105. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2021.103105>



LAMPIRAN

Lampiran 1. Hasil Uji Taksonomi.

**KEMENTERIAN AGAMA REPUBLIK INDONESIA**
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI AR-RANIRY BANDA ACEH
LABORATORIUM FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
Jalan Syekh Abdur Rauf Kopelma Darussalam Banda Aceh
Telepon : 0651-7551 423/Fax: 0651-7553020 Email : laboratorium.fst@ar-raniry.ac.id

LAPORAN HASIL UJI
Nomor : 144/LHU/FST-Lab/XI/2025

Nama pengguna layanan : Irhamni
NIM : 220704005
Instansi : Prodi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Ar-Raniry
No. Telpn : 089501507391
Tanggal diterima : 17 November 2025
Tanggal pengujian : 18-19 November 2025
Nama sampel : Tumbuhan (Plantae)
Spesifikasi sampel : Spesimen kering
Parameter uji : Identifikasi (Klasifikasi)
Metode uji : Membandingkan spesimen/gambar

Informasi Hasil Pengujian Sampel :

No	Kode Sampel	Bagian Sampel	Asal Sampel	Hasil Identifikasi
1	-	Daun	Kampus UIN Ar-Raniry Banda Aceh	<i>Chromolaena odorata</i> (L.) R.M.King & H.Rob.

Telah dilakukan identifikasi dengan hasil klasifikasi taksonomi adalah sebagai berikut:

Kingdom : Plantae
Divisi : Magnoliophyta
Kelas : Magnoliopsida
Ordo : Asterales
Familia : Asteraceae
Genus : *Chromolaena*
Spesies : *Chromolaena odorata* (L.) R.M.King & H.Rob.

Nama Lokal : Kirinyuh

Referensi :
The International Plant Names Index and World Checklist of Vascular Plants 2025. Published on the Internet at <http://www.ipni.org> and <https://powo.science.kew.org/>

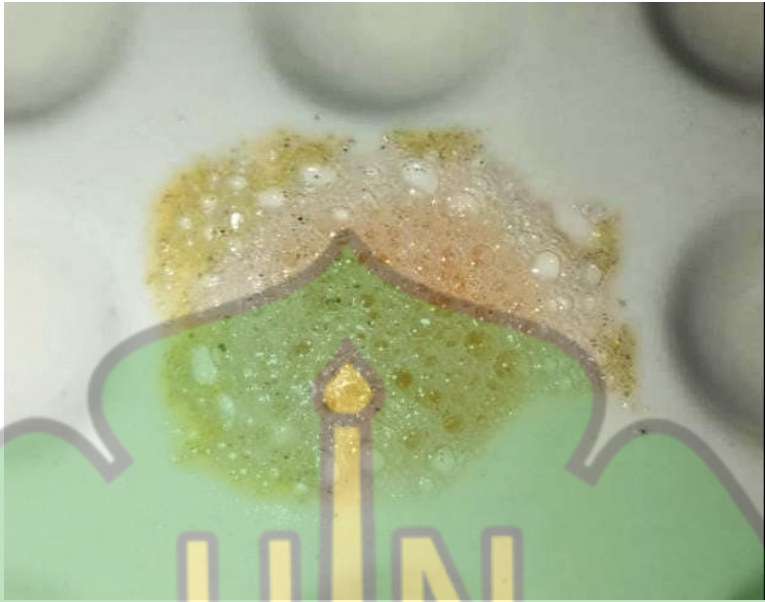
Demikian untuk diketahui dan digunakan sebagaimana mestinya

Banda Aceh, 19 November 2025
Kepala Laboratorium FST

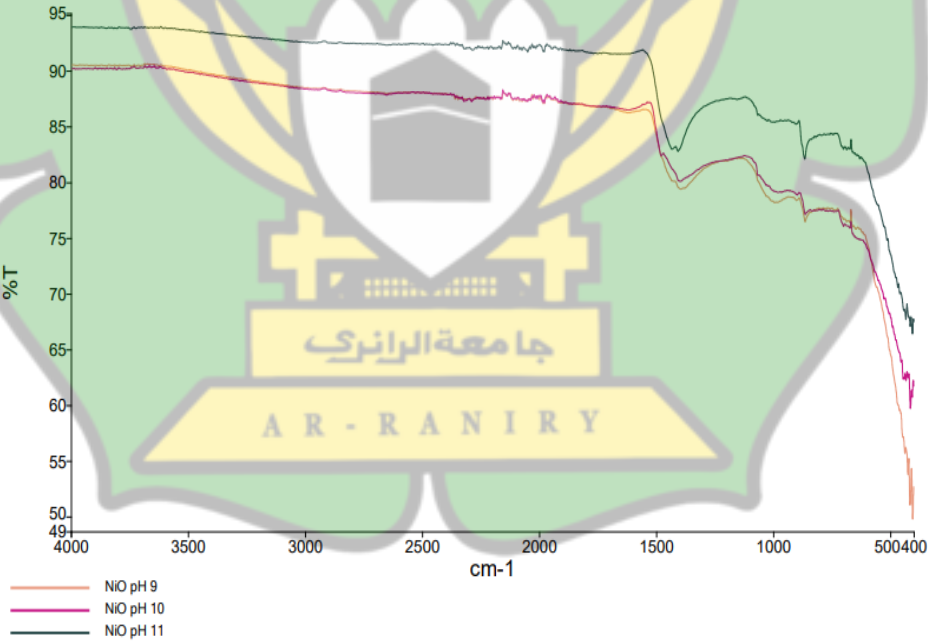

Hadi Kurniawan



Lampiran 2. Hasil Skrining Fitokimia.



Lampiran 3. Hasil Karakterisasi FTIR.



Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD.

*** Basic Data Process ***

Group : Standard
Data : NIO_ph9

# Strongest 3 peaks							
no. peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated Int	
no.	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
1	5	44.4747	2.03544	100	0.34100	534	10134
2	4	43.2692	2.08931	65	0.37500	348	7532
3	8	51.8185	1.76291	37	0.38570	197	3980

# Peak Data List							
peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated Int	
no.	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
1	33.5433	2.66948	3	0.23330	16	305	
2	37.2284	2.41326	37	0.38310	196	4428	
3	39.9400	2.25545	4	0.28000	24	439	
4	43.2692	2.08931	65	0.37500	348	7532	
5	44.4747	2.03544	100	0.34100	534	10134	
6	45.0200	2.01204	4	0.20000	20	461	
7	51.2600	1.78080	3	0.30000	16	502	
8	51.8185	1.76291	37	0.38570	197	3980	
9	52.4600	1.74286	3	0.28000	17	461	
10	62.8747	1.47690	26	0.50060	140	3871	
11	69.1800	1.35688	4	0.16000	20	186	
12	69.9683	1.34351	3	0.16330	18	179	
13	75.3850	1.25985	9	0.61000	47	1121	
14	75.7400	1.25482	4	0.22000	22	270	
15	76.3341	1.24653	18	0.37170	98	2027	
16	79.0800	1.20999	3	0.16000	16	217	
17	79.4008	1.20591	6	0.38830	34	760	

*** Basic Data Process ***

Group : Standard
Data : NIO_ph10

# Strongest 3 peaks							
no. peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated Int	
no.	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
1	6	44.4758	2.03539	100	0.35990	666	13957
2	7	51.8310	1.76252	35	0.42560	231	5644
3	5	43.2718	2.08919	28	0.36640	185	3710

# Peak Data List							
peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated Int	
no.	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
1	37.2366	2.41275	16	0.33330	104	2213	
2	39.9675	2.25396	4	0.48500	27	1119	
3	42.5600	2.12247	3	0.16000	20	295	
4	42.8800	2.10737	5	0.24660	32	523	
5	43.2718	2.08919	28	0.36640	185	3710	
6	44.4758	2.03539	100	0.35990	666	13957	
7	51.8310	1.76252	35	0.42560	231	5644	
8	52.4200	1.74409	3	0.22000	22	442	
9	62.4400	1.48613	3	0.20000	20	318	
10	62.8635	1.47713	11	0.38710	74	1498	
11	75.3200	1.26077	5	0.34660	30	707	
12	75.5800	1.25708	4	0.36000	24	400	
13	76.3628	1.24613	17	0.45220	114	2821	
14	79.3650	1.20636	3	0.39000	22	672	

*** Basic Data Process ***

Group : Standard
Data : NIO_ph11

Strongest 3 peaks

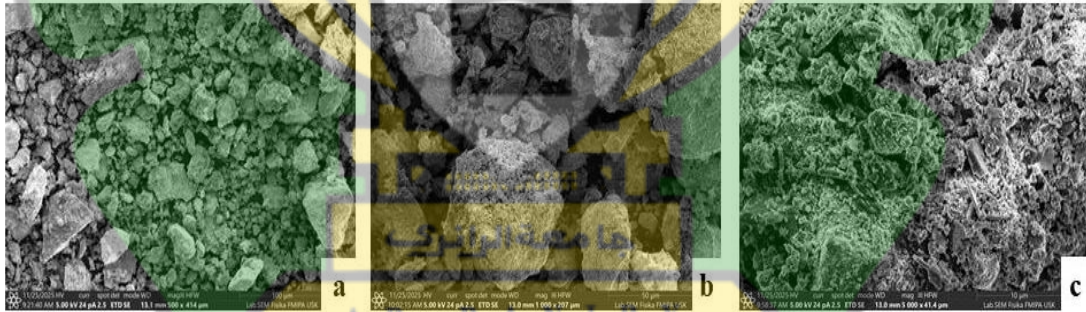
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	6	44.5001	2.03434	100	0.34400	593	11249
2	8	51.8514	1.76187	38	0.36620	223	4715
3	5	43.2822	2.08871	33	0.38850	198	4607

Peak Data List

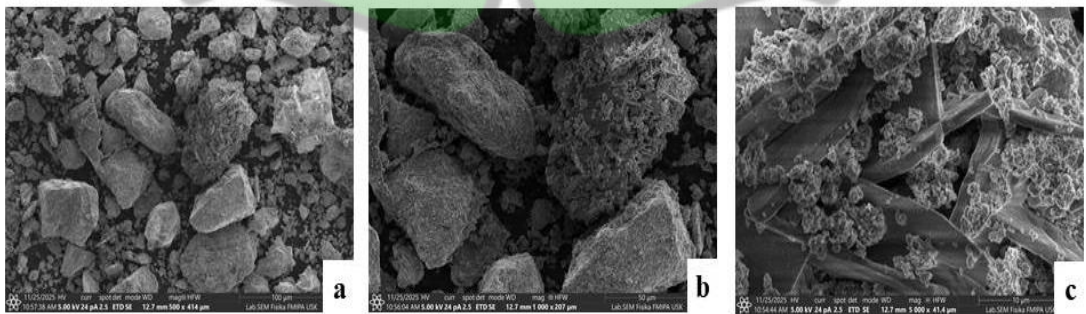
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	28.3800	3.14231	3	0.18000	20	288
2	32.2650	2.77226	3	0.35000	19	647
3	37.2455	2.41220	20	0.41110	117	3127
4	40.0850	2.24763	4	0.19000	24	410
5	43.2822	2.08871	33	0.38850	198	4607
6	44.5001	2.03434	100	0.34400	593	11249
7	45.0400	2.01120	5	0.17340	30	693
8	51.8514	1.76187	38	0.36620	223	4715
9	52.4000	1.74471	5	0.30660	27	745
10	62.8505	1.47741	14	0.42900	85	2028
11	63.2600	1.46883	3	0.22660	20	316
12	75.4023	1.25960	7	0.29130	43	758
13	76.0000	1.25117	4	0.22000	22	257
14	76.3704	1.24603	20	0.32310	118	2061
15	78.7716	1.21395	3	0.27670	18	313
16	79.4066	1.20583	4	0.46670	23	577

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi SEM-EDX.

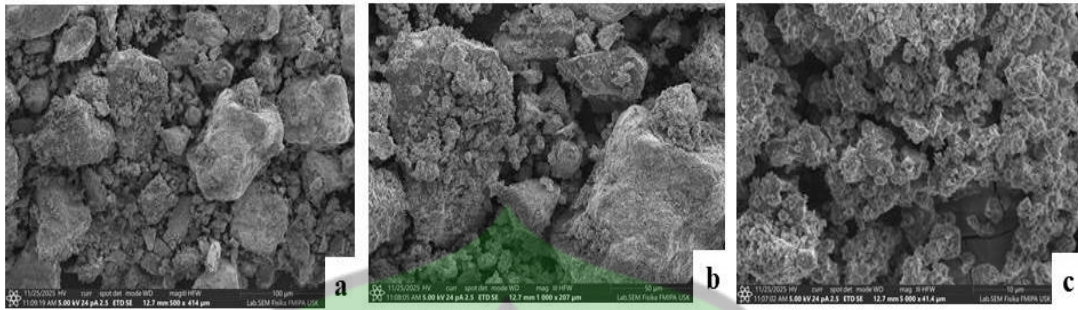
a. Hasil SEM pada NiO pH 9 pada perbesaran 500x (a), 1000x (b), dan 5000x (c).



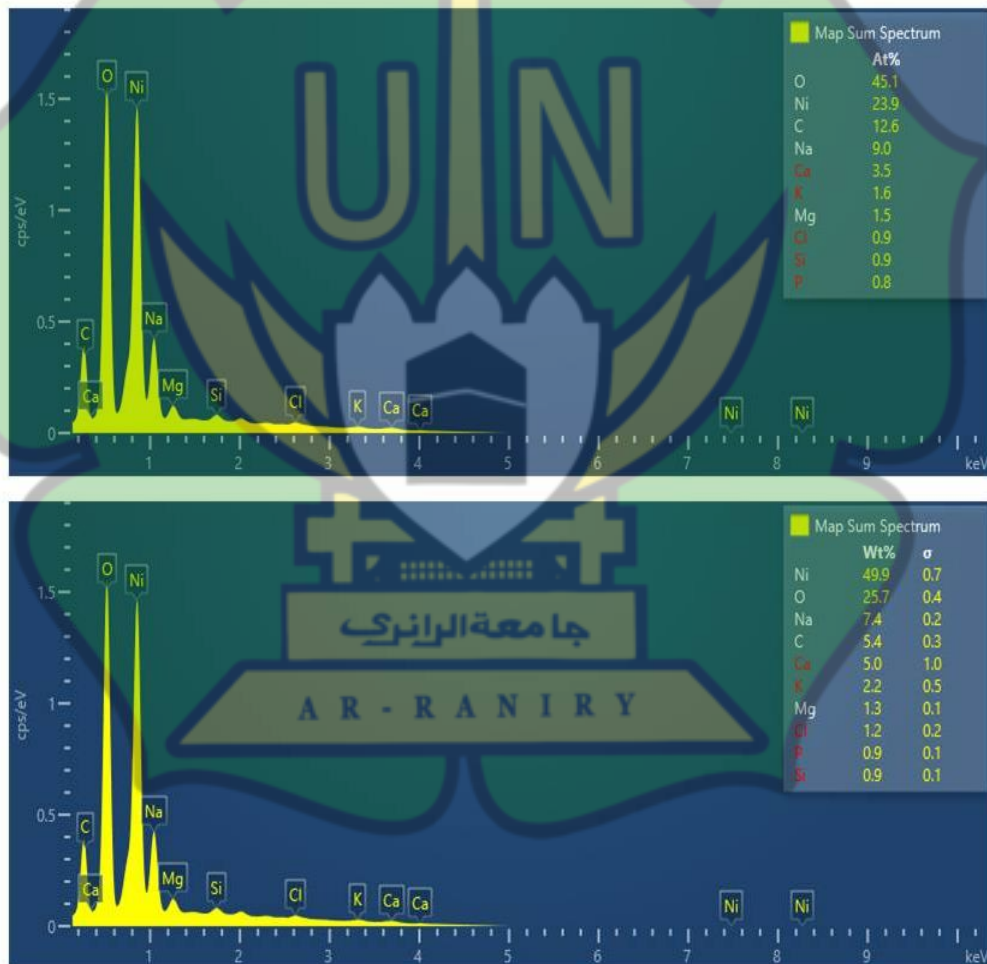
b. Hasil SEM pada NiO pH 10 pada perbesaran 500x (a), 1000x (b), dan 5000x (c).



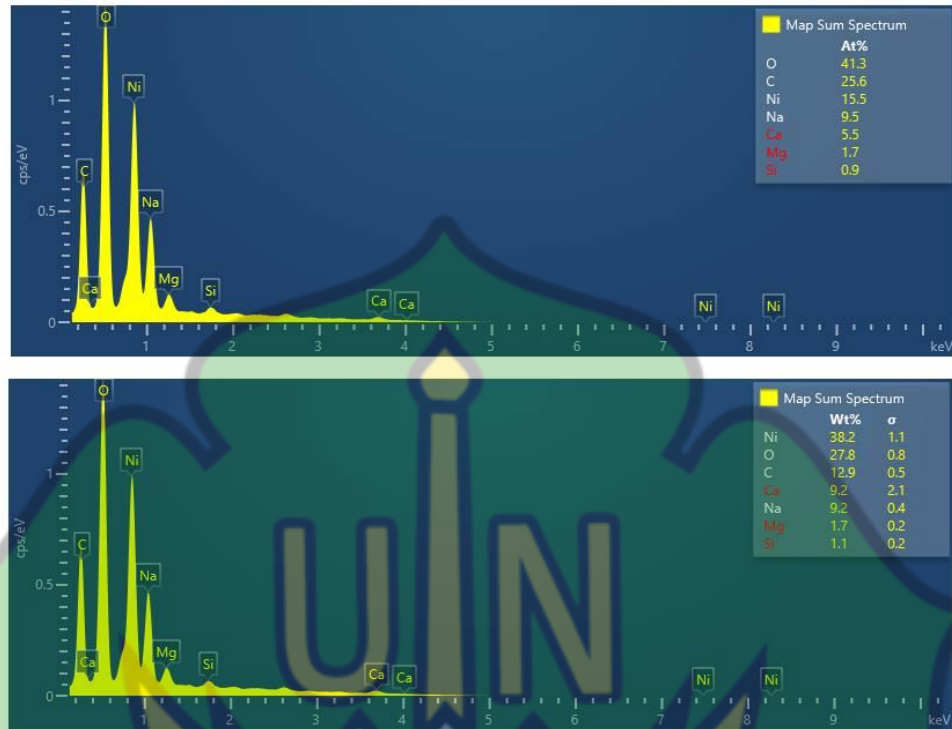
c. Hasil SEM pada NiO pH 11 pada perbesaran 500x (a), 1000x (b), dan 5000x (c)



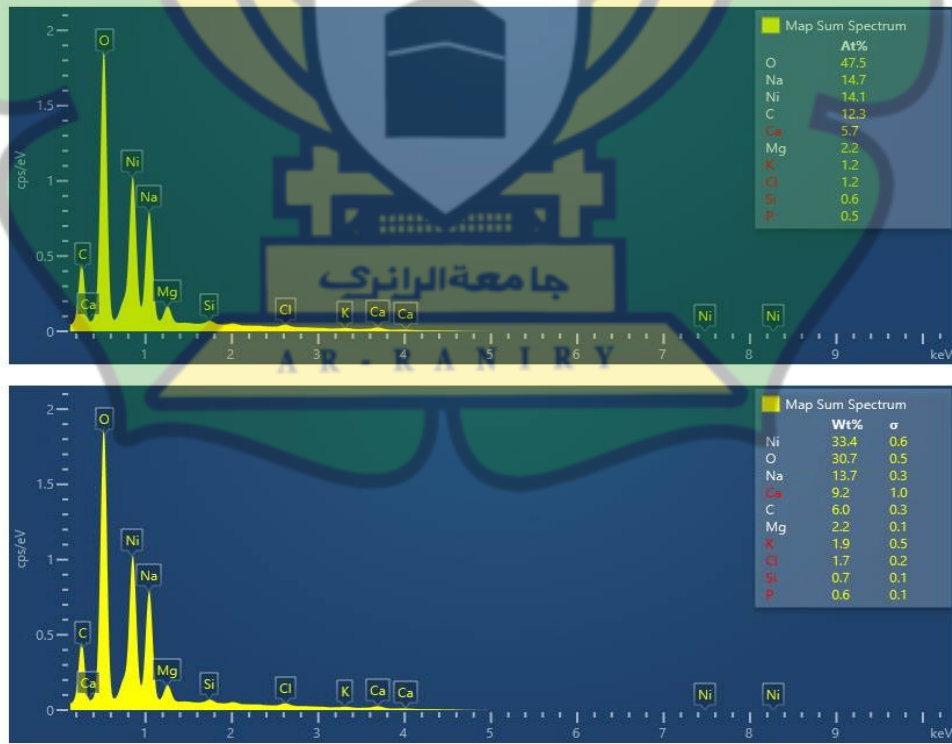
d. Hasil EDX pada NiO pH 9



e. Hasil EDX pada NiO pH 10



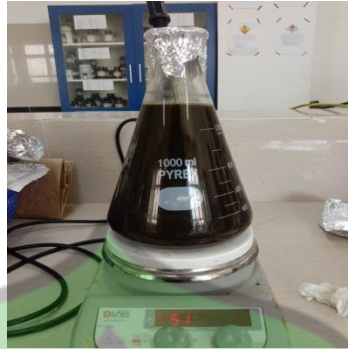
f. Hasil EDX pada NiO pH 11



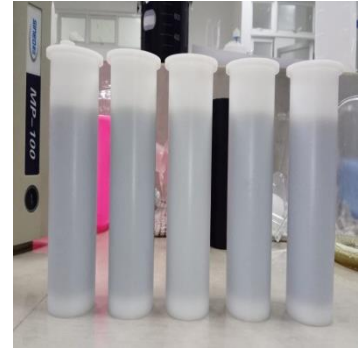
Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian.



Penghalusan daun dengan ayakan 200 mesh



Ekstraksi daun menggunakan aquabidest



Campuran ekstrak dan larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



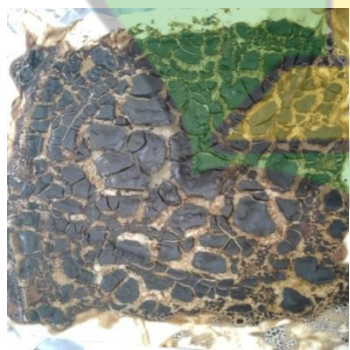
Sintesis nanopartikel NiO menggunakan metode hidrotermal berbantuan gelombang mikro



Proses penyaringan hasil sintesis



Hasil penyaringan



Hasil penyaringan setelah di oven pada suhu 60°C



Proses penggerusan setelah proses kalsinasi



Penghalusan dengan ayakan 200 mesh setelah kalsinasi

BIOGRAFI PENULIS

DATA PRIBADI

Nama : Irhamni
Nim : 220704005
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Tempat, tanggal lahir : Banda Aceh, 10 Agustus 2004
Jenis kelamin : Perempuan
Alamat : Rukoh, Kec. Syiah Kuala, Kota Banda Aceh, Aceh
Telp/Hp : 089501507391
Email : 220704005@student.ar-raniry.ac.id



RIWAYAT PENDIDIKAN

2010 – 2016 : MIN 11 Kota Banda Aceh
2016 – 2019 : MTSN 4 Kota Banda Aceh
2019 – 2022 : SMK SMTI Kota Banda Aceh
2022 – 2026 : S1 Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas
Islam Negeri Ar-Raniry, Banda Aceh