

## บทที่ 4

### ระเบียบวิธีวิจัย

1. ตั๋วสำรวจงานวิจัยต่างๆ ที่เกี่ยวข้อง ตลอดจนข้อมูลต่างๆ ที่จำเป็นต้องใช้ในงานวิจัย เช่น แผนที่ภูมิประเทศ แผนที่อุทกธรณีวิทยา แผนที่ธรณีวิทยา แผนที่การใช้ที่ดิน เป็นต้น เพื่อใช้ในการวางแผนในการวิจัยและเก็บตัวอย่าง

2. สำรวจภาคสนามเพื่อกำหนดตำแหน่งของบ่อน้ำบาดาลในพื้นที่ศึกษาโดยกำหนดไว้เป็น 2 กลุ่มพื้นที่ได้แก่ บ่อน้ำบาดาลระดับตื้นที่อยู่ในพื้นที่เกษตรกรรมและนอกพื้นที่เกษตรกรรมในตำแหน่งเหนือน้ำและท้ายน้ำของพื้นที่เกษตรกรรมตั้งแต่จุดแสดงในรูปที่ 2 ทั้งหมดจำนวนทั้งสิ้น 12 บ่อสังเกตการณ์

3. เก็บตัวอย่างดินทั้งแบบทำลายโครงสร้างตัวอย่าง (disturbed soil sampling) และแบบไม่ทำลายโครงสร้างตัวอย่าง (undisturbed soil sampling) ทั้งในพื้นที่เกษตรกรรมหนาแน่นจำนวน ตัวอย่างและพื้นที่นอกเขตเกษตรกรรมหนาแน่นรวมจำนวน 10 ตัวอย่าง และใช้ hand auger เก็บตัวอย่างของดินตามจาวาลึกเพื่อใช้ในการทดลองการดูดซับ/การคายตัว (sorption/desorption) และ BCF sequential extraction และเพื่อใช้ในการหาค่าพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ทำการวัดตั้งตารางที่ 4.1 โดยแบ่งเป็น

3.1 พารามิเตอร์ที่ได้จากตัวอย่างที่เก็บแบบทำลายโครงสร้าง เช่น พีเอช (pH) ของดิน ค่า CEC อินทรีย์สารในดิน (organic matter) เนื้อดิน (soil texture) bulk density เป็นต้น นอกจากนี้วิเคราะห์หา Mineralogical composition โดยใช้เครื่อง XRF (X-ray fluorescence spectrophotometer) และวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักโดยใช้เครื่อง ICP-OES (Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer)

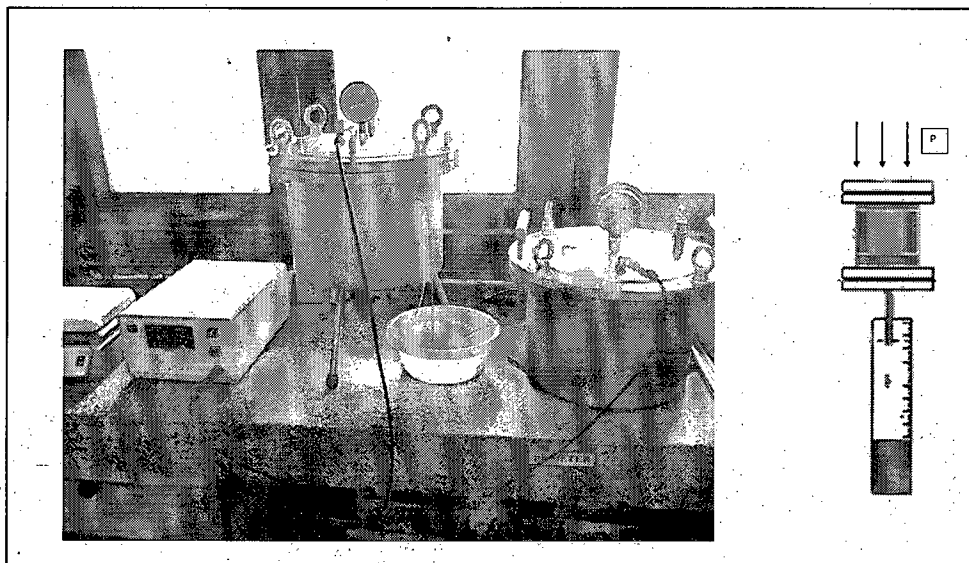
3.2 พารามิเตอร์ที่วัดจากตัวอย่างดินที่เก็บแบบไม่ทำลายตัวอย่าง ได้แก่ bulk density ค่าสัมประสิทธิ์ในการซึมน้ำ ความพรุน และทดลองหาคุณสมบัติของดินที่ไว้อิ่มตัวด้วยน้ำโดยใช้เครื่อง Pressure chamber ดังรูปที่ 4.1 เพื่อนำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความชื้นและความตันทะของน้ำในดิน (soil water characteristics curve, SWCC) ซึ่งมีผลต่อการประเมินการไหลของน้ำและการเคลื่อนตัวของโลหะหนักสู่ไบบาดาลระดับตื้น เพื่อหาปริมาณความชื้นที่เปลี่ยนแปลงกับความตันทะของน้ำในดิน ตามวิธี ASTM D 6536

3.4 ทดสอบการและพารามิเตอร์ที่เหมาะสมที่อธิบายคุณสมบัติของดินที่ไว้อิ่มตัวด้วยน้ำ (variably saturated zone) โดยใช้โปรแกรม RETC (van Genuchten et al., 1991)

3.5 วิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยเคมีชนิดต่างๆ ที่เกษตรกรใช้ในพื้นที่เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณของโลหะหนัก (total multi-elemental analysis) ที่มีอยู่ในปุ๋ยเคมีโดยใช้ตัวอย่างปุ๋ยที่ไต่บดแล้วหนัก 0.5 มก.และย่อยด้วยกรด HCl เข้มข้น 3 มล.ร่วมกับกรด HNO<sub>3</sub> 9 มล.ในเครื่อง Microwave ตามขั้นตอนที่ระบุไว้ในวิธี EPA 3052 ก่อนทำการปรับปริมาตรเท่ากับ 50 มล. หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES

ตารางที่ 4.1 พารามิเตอร์ต่างๆ ของดินที่ทำการตรวจวัด

property	method	reference
pH	Soil/water ratio of 1:2.5 (W/W) โดยใช้พีเอชมิเตอร์	Ma et al., 2010
CEC	1 M NH <sub>4</sub> OAc (pH7) solution extraction	Pansu and Gautheyrou, 20
Organic matter	Wet oxidation method	Walkey and Black, 1934
Soil texture	Sieve and sedimentation methods	Allen, 1974
Bulk density	Determine from soil cores	Blake and Hartge, 1986
Porosity	Determine from soil cores	Blake and Hartge, 1986
Hydraulic conductivity	Falling head permeability method	ASTM D 7100
SWCC	Test methods for determination of the soil water	ASTM D 6836-02, 2003



รูปที่ 4.1 เครื่อง Pressure chamber

8.6 เก็บตัวอย่างน้ำบาดาลในพื้นที่เกษตรกรรมหนาแน่นและพื้นที่นอกเขตเกษตรกรรมหนาแน่นเพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐาน (Background) ในการเปรียบเทียบกับพื้นที่เกษตรกรรมตั้งตำแหน่งที่ระบุไว้ในรูปที่ 1.1 ทั้งในช่วงหน้าฝนและหน้าแล้งโดยหยดกรด HNO<sub>3</sub> 2-3 หยดในตัวอย่างน้ำบาดาลที่เก็บในสนามเพื่อรักษาสภาพของโลหะหนักที่มีอยู่ในน้ำและแช่ไว้ในถังน้ำแข็งที่อุณหภูมิ 4 °C ก่อนจะนำกลับห้องปฏิบัติการเพื่อวัดปริมาณของโลหะหนักในน้ำในแต่ละช่วงเวลา

8.7 ตรวจวัดระดับน้ำในบ่อมาตารทั้งในหน้าฝนและหน้าแล้งเพื่อทราบทิศทางการไหลของน้ำมาตาระดับ

8.8 จัดทำแผนที่แสดงระดับน้ำหรือทิศทางการไหลของน้ำมาตาระดับชั้นดินในช่วงเวลาต่างๆ

8.9 ทดลอง BCF sequential extraction เพื่อทราบรูปแบบของการดูดซับ (binding form) ของโลหะหนักแต่ละชนิดในดิน เพื่อประเมินโอกาสที่โลหะหนักจะถูกชะละลายสู่ดินและน้ำมาตารโดยทดสอบกับตัวอย่างดินซึ่งรวมถึงตัวอย่างดินที่เก็บตามความลึกด้วยเพื่อพิจารณา รูปแบบของการดูดซับ (binding form) ของโลหะต่างๆ ตามความลึก ก่อนการทำการทดลอง BCF sequential extraction จะต้องเตรียมตัวอย่างดินโดยการร่อนตัวอย่างดินแห้งให้มีขนาดเล็กลงกว่า 2 มม.

ขั้นตอนการสกัดอย่างต่อเนืองด้วยวิธี BCF scheme (Ferez and Valiente, 2005; Pusyo et al., 2003) ซึ่งมีวิธีการสกัดอย่างต่อเนือง 4 ขั้นตอนดังนี้

ขั้นที่ 1 (Exchangeable and weak acid soluble fraction) เติม acetic acid ( $CH_3COOH$ ) 20 ml (0.11 mol/l) และตะกอนดิน (sludge) 1 กรัม ลงในขวดขนาด 100 ml นำไปใส่เครื่องเขย่าที่อุณหภูมิ  $22 \pm 5$  °C ด้วยความเร็วรอบ  $30 \pm 10$  rpm นาน 16 ชั่วโมง จากนั้นใส่สารละลายไปปั่นด้วยเครื่อง centrifuge ที่ 3000 rpm นาน 20 นาที ตัวทำละลายจะถูกแยกส่วนโดยส่วนที่เป็นของเหลวที่ลอยเหนือตะกอนจะถูกแยกออกตามแล้วกรองแยกส่วนใสด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 ได้ Extract step 1 แล้วใส่ภาชนะปิดสนิทจากนั้นนำไปวิเคราะห์ทันที ส่วนตะกอนที่เหลือจะนำไปผสมน้ำกลั่น 20 ml และเขย่าด้วยเครื่อง shaker นาน 15 นาที และนำไปปั่นที่ 3000 rpm นาน 20 นาทีเพื่อส่วนที่ลอยเหนือตะกอนออก

ขั้นที่ 2 (reducible fraction) เติม hydroxylamine hydrochloride ( $NH_2OH.HCl$ ) 40 ml (0.5 mol/l) (ปรับค่าพีเอชเท่ากับ 1.5 ด้วย  $HNO_3$  2 mol/l) ที่เตรียมใหม่ลงกับส่วนที่เหลือจากขั้นตอนนี้ลงในหลอด centrifuge ขนาด 100 ml นำไปใส่เครื่องเขย่าที่อุณหภูมิ  $22 \pm 5$  °C ด้วยความเร็วรอบ  $30 \pm 10$  rpm นาน 16 ชั่วโมง จากนั้นใส่สารละลายไปปั่นด้วยเครื่อง centrifuge ที่ 3000 rpm นาน 15 นาที ตัวทำละลายจะถูกแยกส่วนออกตามแล้วกรองแยกส่วนใสด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 ได้ Extract step 2 แล้วใส่ภาชนะปิดสนิทจากนั้นนำไปวิเคราะห์ทันที ส่วนตะกอนที่เหลือจะนำไปผสมน้ำกลั่น 20 ml และเขย่าด้วยเครื่อง shaker นาน 15 นาที และนำไปปั่นที่ 3000 rpm นาน 20 นาทีเพื่อส่วนที่ลอยเหนือตะกอนออกเช่นเดียวกัน

ขั้นที่ 3 (oxidisable fraction) เติม hydrogen peroxide ( $H_2O_2$ ) 10 ml (5.8 mol/l) ลงในหลอด centrifuge ที่ได้จากขั้นตอนที่ 2 ทั้งไว้ที่อุณหภูมิห้องนาน 1 ชั่วโมงเขย่าเป็นครั้งคราวที่อุณหภูมิ  $22 \pm 5$  °C และ 1 ชั่วโมงต่อมาที่อุณหภูมิ  $85 \pm 2$  °C เขย่าเป็นครั้งคราว ต่อมาเปิดฝา tube และเพิ่มความร้อนขึ้นอีกจนสารใน tube ลดลงเหลือปริมาณน้อยกว่า 3 ml ต่อมาได้ hydrogen peroxide ( $H_2O_2$ ) 10 ml ลงไปปิดฝาและนำไปตั้งที่อุณหภูมิ  $85 \pm 2$  °C ต่อมา 1 ชั่วโมง โดยเขย่า ต่อมาเปิดฝา tube จนสารใน tube ลดลงเหลือปริมาณ 1 ml ใส่ ammonium acetate ( $CH_3COONH_4$ ) 50 ml (1.0 mol/l) ลงในสารที่ได้ (หลังทำให้เย็น) ปรับค่าพีเอชเท่ากับ 2 และนำไปใส่เครื่องเขย่าที่  $30 \pm 10$  rpm ที่อุณหภูมิ  $22 \pm 5$  °C นาน 16 ชั่วโมง แยกสารเหลวออกมาด้วยวิธีการเช่นเดียวกับขั้นตอนที่ 1 ได้ Extract step 3

ขั้นที่ 4 (residual fraction) นำตะกอนที่เหลือจากขั้นตอนที่ 3 (residue) ไปย่อยด้วย Aqua regia (2.3 ml. HCl + 0.77 ml HNO<sub>3</sub> + น้ำ 2.3 ml) ด้วยเครื่อง Microwave digester จะได้สารละลายออกมาได้ Extract step 4 จากนั้นนำสารละลายข้างต้นที่สกัดแล้วทั้งหมดมาวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่อง ICP-OES ทำการทดลองซ้ำจากขั้นที่ 1 – 4 ซ้ำ กับตัวอย่างอื่นๆ

8.10 ทดลองแบบแบตช์ (batch sorption experiment) เพื่อหาคุณสมบัติในการดูดซับและการคายตัวของโลหะหนัก (sorption/desorption) โดยพิจารณาจากโลหะที่มีโอกาสเสี่ยงที่ถูกชะละลายสู่ธรรมชาติได้ง่ายและมีความเป็นพิษสูง (toxicity) ในดินทั้งการดูดซับแบบเดี่ยว (single metal systems) และแบบมีการแข่งขัน (competitive system) เพื่อประเมินกระบวนการ sorption reversibility ซึ่งช่วยในการอธิบายถึงโอกาสเสี่ยงที่โลหะหนักชนิดนั้นจะคายจากผิวดินและเคลื่อนที่สู่น้ำใต้ดินในที่สุด (Sastre et al., 2007) ตลอดจนปริมาณของโลหะหนักที่คงค้างอยู่ในดิน (retained metal) โดยสามารถคำนวณโลหะที่คงค้างอยู่ในดินโดยใช้สมการที่

3

$$A_{retained} = A_{sorbed} - A_{desorbed} = \int_0^{\alpha} K_F C_e^{\beta} dC_e - \int_0^{\alpha} K_{Fd} C_e^{\beta d} dC_e \quad (3)$$

8.11 สำรวจคุณสมบัติทางอุทกธรณีวิทยาของชั้นน้ำ เช่น ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านของน้ำ เป็นต้น

8.12 สร้างแบบจำลองเชิงมโนทัศน์และแบบจำลองทางคณิตศาสตร์โดยประยุกต์ใช้แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ร่วม (Coupled model) ระหว่างแบบจำลองที่จำลองการชะละลายและการเคลื่อนตัวของโลหะหนักจากชั้นดินที่ไม่อิ่มตัวด้วยน้ำ (HYDRUS-1D) ร่วมกับแบบจำลองที่จำลองการไหลและการเคลื่อนตัวของโลหะหนักในน้ำใต้ดินในชั้นน้ำบาดาล (MODFLOW/MT3D) โดยใช้พารามิเตอร์ที่ได้จากการพิจารณาคุณสมบัติของดินที่ไม่อิ่มตัวด้วยน้ำ กล่าวคือ สมการที่อธิบายการไหลของน้ำในชั้นดินที่ไม่อิ่มตัว เช่น van Genuchten หรือ Brook and Corey เป็นต้น และคุณสมบัติของการดูดซับของโลหะในกรณี single และ competitive system

8.13 ค่าคาดการณ์การเคลื่อนตัวของโลหะหนักในดินและในน้ำบาดาลระดับต้น

8.14 วิเคราะห์และประเมินผลการสำรวจทั้งหมดจากข้อมูลต่างๆ ที่มีเพื่อสรุปผลการวิจัย

8.15 สรุปผลและนำเสนอข้อมูลในรูปแบบบทความทั้งการประชุมวิชาการและวารสารวิชาการ