文章编号:1001-6112(2015)05-0654-06

doi:10.11781/sysydz201505654

微观剩余油核磁共振二维谱测试技术

王 军1,孟小海1,王为民2,刘乃贵3

(1.中国石化 胜利油田分公司 勘探开发研究院,山东 东营 257015;

2.北京大学 信息学院,北京 100871; 3.中国科学院 地质与地球物理研究所,北京 100029)

摘要:多孔介质中油水的有效区分是目前微观剩余油研究中的一个难题。利用核磁共振 T₂谱可以准确测定多孔介质中流体饱和 度的特点,通过引进扩散系数这一参数,将先进的核磁共振二维谱技术应用于微观剩余油赋存状态研究中,解决了油水定量区分 的问题。同时,通过提升设备技术指标、优化计算方法、建立受激回波双极脉冲梯度法等方式,解决了高黏油测量中短弛豫组分 缺失的问题,使得该技术可以充分满足剩余油微观赋存状态研究需求,为实现微观剩余油的定量表征提供了一种新的实验技术。 关键词:核磁共振二维谱;弛豫时间;扩散系数;微观剩余油

中图分类号:TE135 文献标志码:A

2D NMR distribution function for microscale remaining oil

Wang Jun¹, Meng Xiaohai¹, Wang Weimin², Liu Naigui³

(1. Exploration and Development Institute, SINOPEC Shengli Oilfield Company, Dongying, Shandong 257015, China;
 2. Peking University, Beijing 100871, China;
 3. Institute of Geology, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100029, China)

Abstract: The effective distinction between oil and water in porousmedia is a difficult problem to solve in research on microscale remaining oil. Since a NMR relaxation time spectrum can accurately measure fluid saturation in porous media, we can apply it to this research by introducing a new parameter: diffusion coefficient, which can solve the problem of the quantitative distinction between oil and water. At the same time, the problem of the missing components in high viscous oil measurement has been completely solved through improving equipment, optimizing the calculation method and establishing the stimulated echo bipolar pulse gradient. As a result, the technology can fully meet the demand of microscale remaining oil research, which provides a new experimental technique for the quantitative characterization of this remaining oil.

Key words: NMR two-dimensional spectrum; relaxation time; diffusion coefficient; microscale remaining oil

随着实验技术水平的提升和研究领域的相互 交叉,一些新的微观分析实验手段被逐步应用到石 油领域^[1]。通过应用对比分析这些技术,发现核 磁波谱技术在剩余油定量研究上更具定量化优 势^[2-5]。采用 CT 成像技术进行的油水分布状况的 研究,由于分辨率的限制,使得无法精确地显示孔隙 级别的分布状况,特别是对以极薄的润湿相薄膜形 式存在的流体无法确认^[6-8]。玻璃刻蚀微观模型是 一种平面二维模型,而且孔隙结构与真实岩心存在 一定差异,不能反映油水三维空间分布^[9-10]。电子 显微镜、紫外荧光和激光共聚焦技术等高分辨率方 法需要将测试样品处理成很小的颗粒,处理后的样 品不能再进行油水驱替,因而无法获得驱替过程的 完整跟踪^[11-14]。核磁共振一维*T*2谱测试技术则既 可以显示孔隙级别的分布状况,又对样品的形状没 有过高的要求,给驱替过程中油水分布状况的研究 带来了极大的方便。然而,要真正实现对岩心内微 观剩余油赋存状态的定量分析和描述,还需要对仪 器设备、测试方法和计算方法进行研发和优化。

1 核磁共振一维 T,谱测试技术

核磁共振技术是利用氢原子核的物理性质获 得良好的脉冲核磁共振测量信号,具有对探测样本 无破坏作用这一独特优势。一维T,谱的优势在于

收稿日期:2014-04-10;修订日期:2015-07-10。

作者简介:王军(1962—),男,教授级高级工程师,从事油气田开发和实验技术研究工作。E-mail:wangjun570.slyt@ sinopec.com。

通信作者:孟小海(1974—),男,高级工程师,从事室内实验研究工作。E-mail:fh7509@163.com。

基金项目:国家科技重大专项重点项目"胜利油田特高含水期提高采收率技术"(2011ZX05011)和中国石化胜利油田分公司项目"特高含水 期微观剩余油动用机制研究"(YKY1501)资助。

可用于饱和单一流体的岩心孔隙内的油或水的测量,但当岩心中油水共存时,获得的 T₂谱是油与水 信号值叠加结果,油水无法准确区分,因此在微观 剩余油研究上受到了一定限制^[15-18]。

另外,核磁测量结果对油的黏度很敏感,通常 不宜采用高黏度油进行测试。图1展示了白油黏 度与弛豫时间之间的关系,可以清楚地看到当油的 黏度超过25mPa·s时,白油的核磁特性将趋于稳 定,弛豫时间无法反映孔隙结构和油水分布,所以 弛豫时间短的高黏度流体在岩心中弛豫时间几乎 不发生变化,无法反映岩心内流体的赋存状态。

2 核磁共振二维谱测试技术

在岩心分析中,一维弛豫谱由于表面弛豫的作 用导致岩心中油水在弛豫谱上相互重叠,给研究带来 了非常大的困难。在研究中,我们将近年来出现的更 为先进的扩散—弛豫二维谱技术^[19-20]尝试应用于 微观剩余油赋存状态研究中,取得了重大突破。

核磁共振二维谱技术(也称扩散—弛豫二维 谱技术)是一种同时获得被测样品在扩散系数与 弛豫时间上分布状况的技术^[21],它要求测量过程 中所使用的脉冲序列能同时完成扩散系数和弛豫 时间2种参数的测量,而仪器得到的测量信号则由 具有不同扩散系数和弛豫时间的组分所产生的信 号叠加而来,需要建立准确而快速的反演算法,从 测量信号中获取所需的二维谱(图2)。

在得到扩散一弛豫二维谱之后,需要通过适当 的数据处理和理论分析,从中提取能够反映油水在 岩心中分布状况的关键信息,为进一步研究油水运移 过程、提高采收率奠定良好的基础。在利用扩散系 数区分油水的同时保留了油水在弛豫时间上的信 息,可以更全面地反映岩心中油水的分布状况^[22],



Fig.1 Oil viscosity vs. relaxation time



图 2 油水共存核磁共振扩散—弛豫二维谱 水为 3%氯化钾溶液;油为 26#白油(25 ℃黏度为 52.87 mPa・s)

Fig.2 Diffusion coefficient vs. relaxation time from NMR with coexisting oil and water

给驱替过程中油水分布状况的研究带来了极大的 方便,为准确描述微观剩余油赋存状态的变化提供 了有效的技术手段。

3 核磁共振二维谱测试技术优化

3.1 核磁共振实验测试设备的升级

在原有 5 M 核磁共振岩心分析仪器基础上,设 计开发出了磁场梯度可达 0.15 T/m 的脉冲梯度的 核磁共振系统。重新调整了核磁共振脉冲序列,所 测扩散系数精度可达 10⁻¹¹ m²/s,并降低了对所测 样品弛豫时间的限制。实测时选取的梯度值是从 0.05~0.15 T/m 均匀分布的 30 个点,梯度的持续 时间为 3 ms,扩散时间为 50 ms,回波间隔 0.1 ms, 每个回波串采集 1 024 个回波峰值。

由于岩心内部的磁导率不均匀性很强,磁场越 强岩心内部的磁场不均匀性(即内建梯度)越强, 对核磁共振信号额外的干扰也就越严重。故而大 部分岩心只能在低场条件下进行弛豫时间和扩散 系数的测量,以削弱磁场不均匀性对测量结果的影 响。而低场条件下核磁共振信号强度普遍较低,对 核磁共振仪器的精度、稳定性、信噪比都提出了更 高的要求。本研究采用自主研发的核磁共振系统, 在磁场均匀性、梯度强度等方面均进行了相应的改 进,在孔隙度和油水饱和度测量方面取得了良好的 效果,并可以获得稳定而精确的扩散系数—T₂(横 向弛豫时间)二维谱。

3.2 受激回波双极脉冲梯度法的建立

核磁共振自扩散系数可以通过在自旋回波或 受激回波中增加脉冲梯度或恒定梯度来进行测量。



图 3 不同方法二维谱的对比



图3展示了砂岩多孔介质模型孔隙中的水用自旋 回波恒定梯度法和受激回波双极脉冲梯度法所测 得的扩散系数—T,二维谱的对比。可以看出: (1)由自旋回波恒定梯度法测得的二维谱存在大 量扩散系数非常大的谱峰(图 3a,右侧边缘地带), 这是由于砂岩多孔介质中磁导率不均匀性导致的, 使得测算得到的扩散系数非常大:(2)由自旋回波 恒定梯度法测得的二维谱,其谱峰有明显的沿扩散 系数方向的扩展,这是由于恒定梯度法不能获得单 一而准确的扩散时间,且扩散系数的测量会受弛豫 的影响,这些都使得扩散系数的测量很不准确。为 此,研发建立了一种新的受激回波双极脉冲梯度测 量法(图 3b),对砂岩模型孔隙中的水采用2种方 法分别测试对比,结果表明后者可以有效地避免岩 心磁导率不均匀性产生的内建梯度对扩散系数测 量的影响,提高了测量准确性。

3.3 渐变时间参数法的建立

传统的固定时间参数法在进行高黏油测量时 由于扩散编辑序列期间的弛豫作用,使得短弛豫组 分产生的信号变得很小,在这种情况下测得的二维 谱对于弛豫时间较短的部分会产生严重缺失(图 4b),与设定模型存在较大差距(图4a)。为了解决 这一问题,建立了时间参数随着梯度强度变化的时 间参数渐变的测量方法。对短弛豫组分测量的准 确性有较大的提高,所对应的弛豫谱基本上与设定 模型相同(图4c),很好地解决了同时测量高黏度 组分和短弛豫组分的难题。

3.4 二维谱反演计算方法的建立

扩散一弛豫二维谱技术是一种同时获得被测样品在扩散系数与弛豫时间上分布状况的技术,如何快速地从大量具有低信噪比的核磁测量信号中提取所需二维谱,是二维反演的核心问题。在常用的 PC 机上,采用传统的 NNLS(非负最小二乘法)算法进行反演,通常需要约1h来完成一次二维反演,故而迫切需要压缩数据、减小运算量。

由于病态性和有限的信噪比,适当的基于奇异 值截取的压缩不会影响反演结果,并可大大提高运 算速度。为此建立适当的基于奇异值截取的压缩 法,大大提高运算速度。

图 5 为不同奇异值的二维谱的反演结果,其中 r_1, r_2 代表每个维度上的奇异值个数。图 5a 为 r_1 = 30, r_2 = 30,即 r_1, r_2 尽量大的结果,反演总耗时 10 min左右;图 5b 为 r_1 = 8, r_2 = 6,是最合适的奇异 值数量,总耗时 1 min 左右;图 5c 为 r_1 = 7, r_2 = 5,即 在每个维度上比图 5b 少一个奇异值的结果,其消 耗的时间更少,但峰型有明显变异;图 5d 为 r_1 = 6, r_2 = 4,即在每个维度上比图 5b 少 2 个奇异值的结 果,计算消耗的时间更少,但是有些峰无法区分。 因此合适的奇异值数量与保留尽量多的奇异值结 果相同,而若截取更少的奇异值则反演结果会越来 越差,直至完全不能区分应有的谱峰。

4 剩余油核磁共振二维谱测试

选取胜利油区孤岛油田中一区 Ng³的储层天 然岩心样品作为测试对象,分别对水驱不同阶段岩 心模型进行了核磁共振二维谱测试(图6),研究微 观剩余油的变化特征。该岩心模型以长石砂岩为 主,颗粒接触方式以点接触或线—点接触为主,填 隙物以泥质为主,泥质含量在5.0%~10.0%。岩心 渗透率为4.07×10⁻³µm²,孔隙度为40.2%,水驱油 流速为0.25 mL/min。实验用水为3%KCl 溶液,模



图 4 传统固定时间参数法与渐变时间参数法测试效果对比



图 5 合理奇异值的压缩方法和效果对比



拟油使用 26#工业白油,密度为 0.877 g/cm³,黏度 为 52.9 mPa・s(25 ℃)。核磁共振实验样品尺寸 为直径 20 mm、长度 30 mm。

实验中,分别对饱和水、饱和油、水驱不同注入 倍数及水驱至残余油时刻的岩心模型进行扫描,同 时记录每一驱替时刻的出油量。实验数据见表 1, 其中累计注入倍数是指驱替过程中用水总量与孔 隙体积之比。

表 1 渤海湾盆地胜利油区孤岛油田中一区 Ng³天然岩心样品核磁水驱油实验数据统计

 Table 1
 NMR water flooding experiment data of natural core samples from the third member of Guantao Formation,

 Zhong1 block, Gudao Oil Field, Shengli area, Bohai Bay Basin

| - 驱替流速/ (mL・min ⁻¹) | 累计出油量/ mL | 累计注入倍数/ PV | 含水饱和度/ % |
|------------------------------------|--------------|---------------|-------------|
| 0.25 | 0.30 | 0.10 | 20.2 |
| 0.25 | 1.20 | 0.61 | 49.5 |
| 0.25 | 1.70 | 1.15 | 65.8 |
| 0.25 | 2.10 | 4.79 | 78.8 |
| 0.25 | 2.30 | 14.0 | 85.3 |
| 0.50 | 2.35 | 30.0 | 87.0 |



图 6 渤海湾盆地胜利油区孤岛油田中一区 Ng³天然岩心样品油水驱替过程中不同状态下的二维谱 Fig.6 Two-dimensional spectrum from oil-water displacement of natural core samples from the third member of Guantao Formation, Zhong1 block, Gudao Oil Field, Shengli area, Bohai Bay Basin





Fig.7 Water T_2 spectrum of natural core samples from the third member of Guantao Formation, Zhong1 block, Gudao Oil Field, Shengli area, Bohai Bay Basin

从二维谱中提取水的弛豫谱变化过程如图 7 所示,由图中水的弛豫谱可以看出,水驱油过程中 短弛豫组分的含量先增加后减小,而且水驱油过程 中长弛豫组分从无到有,越来越多。这一现象说明 水优先进入亲水小孔隙,或沿亲水大孔隙的孔壁进 入岩心,然后再进入大孔隙或沿亲油大孔隙中部进 人岩心。这也反映出随着剩余油饱和度的减小,剩 余油与岩石表面的接触面积逐渐减小。表明随着 水驱的进行,剩余油被逐渐剥离岩石表面,水驱过 程中剩余油在总量减少的同时由于水的冲刷变得 更加分散。

5 结论

(1)通过引入扩散系数建立核磁共振二维谱, 提升测试设备磁场强度,建立受激回波双极脉冲梯 度法和渐变时间参数测量方法,提高二维谱反演速 度,实现了岩心中油水的精确区分和高黏油中短弛 豫组分精确测量,研发出了基于二维谱的微观剩余 油赋存状态核磁共振测试技术,可有效应用于多孔 介质中剩余油微观赋存状态的分析研究。

(2)基于二维谱的微观剩余油赋存状态核磁 共振测试技术还可以应用到不同沉积类型、不同韵 律性储层的剩余油研究中,同时可以拓宽应用范 围,对不同开发方式对剩余油的影响进行深入剖 析,能够为实现大幅度提高采收率的目标提供更有 力的支撑。

参考文献:

[1] 郭尚平,黄延章,周娟,等.物理化学渗流微观机理[M].北京
 科学出版社,1990:20-51.

Guo Shangping, Huang Yanzhang, Zhou Juan, et al. Micro mecha-

nism of physical and chemical seepage [M]. Beijing: Science Press, 1990:20-51.

- [2] 孙尚如,何先华,邬侠,等.聚合物驱后剩余油分布核磁成像 实验研究[J].大庆石油地质与开发,2003,22(4):61-63.
 Sun Shangru, He Xianhua, Wu Xia, et al. Laboratory evaluation of remaining oil distribution by NMR technology after polymer flooding[J].
 Petroleum Geology & Oilfield Development in Daqing, 2003, 22(4):61-63.
- [3] Toumelin E, Torres-Verdín C, Sun B Q, et al. Limits of 2D NMR interpretation techniques to quantify pore size, wettability, and fluid type: a numerical sensitivity study[J].SPE Journal, 2006, 11(3):354-363.
- [4] 鲁国甫,杨永利,冯毅,等.应用核磁共振成像技术研究特高含水期剩余油分布[J].江汉石油学院学报,2001,23(S1):98-99.
 Lu Guofu, Yang Yongli, Feng Yi, et al.Study of remaining oil distribution in high aquifer stage by using a nuclear magnetic resonance imaging technique[J].Journal of Jianghan Petroleum Institute, 2001,23(S1):98-99.
- [5] 喻建,杨孝,李斌,等.致密油储层可动流体饱和度计算方法: 合水地区长7 致密油储层为例[J].石油实验地质,2014, 36(6):767-772.
 Yu Jian,Yang Xiao,Li Bin,et al.A method of determining movable fluid saturation of tight oil reservoirs: A case study of tight oil reservoirs in seventh member of Yanchang Formation in Heshui area[J].
- Petroleum Geology & Experiment, 2014, 36(6):767-772.
 [6] 曹绪龙,李玉彬,孙焕泉,等.利用体积 CT 法研究聚合物驱中 流体饱和度分布[J].石油学报, 2003, 24(2):65-68.
 - Cao Xulong,Li Yubin,Sun Huanquan,et al.Determination of fluid saturation in polymer flooding by volume-CT method [J].Acta Petrolei Sinica,2003,24(2):65-68.
- [7] 孙卫,史成恩,赵惊蛰,等.X-CT 扫描成像技术在特低渗透储 层微观孔隙结构及渗流机理研究中的应用:以西峰油田庄 19 井区长 8₂储层为例[J].地质学报,2006,80(5):775-779. Sun Wei, Shi Chengen, Zhao Jingzhe, et al. Application of X-CT scanned image technique in the research of micro-pore texture and percolation mechanism in ultra-permeable oil field; Taking an example from Chang 8₂ formation in the Xifeng oil field[J].Acta Geologica Sinica, 2006, 80(5):775-779.
- [8] 张顺康,陈月明,侯健,等.岩石孔隙中微观流动规律的 CT 层析图 像三维可视化研究[J].石油天然气学报,2006,28(4):102-106. Zhang Shunkang, Chen Yueming, Hou Jian, et al. Three dimensional visualization for CT tomographic image of microscopic flow law of rock pore[J]. Journal of Oil and Gas Technology, 2006, 28(4):102-106.
- [9] 苏娜,黄健全,韩国辉,等.微观水驱油实验及剩余油形成机 理研究[J].断块油气田,2007,14(6):50-51. Su Na, Huang Jianquan, Han Guohui, et al. Microscopic waterflood test and study on remaining oil forming mechanism [J]. Fault-Block Oil & Gas Field,2007,14(6):50-51.
- [10] 贾忠伟,杨清彦,兰玉波,等.水驱油微观物理模拟实验研究[J].大庆石油地质与开发,2002,21(1):46-49.
 Jia Zhongwei, Yang Qingyan, Lan Yubo, et al. Experimental study on the process of water-oil displacement with the micro-model[J].

Petroleum Geology & Oilfield Development in Daqing, 2002, 21(1):46-49.

 [11] 刘建民,李阳,毕研鹏,等.应用驱油微观模拟实验技术研究 储层剩余油微观分布特征[J].中国海上油气(地质),2000, 14(1):51-54.

Liu Jianmin, Li Yang, Bi Yanpeng, et al.Research on the Microscopic distribution characteristics of Formation residual oil with the experiment of Oil-driven Micro-simulation [J]. China Offshore Oil and Gas (Geology), 2000, 14(1):51-54.

- [12] 应凤祥,杨式升,张敏,等.激光扫描共聚焦显微镜研究储层 孔隙结构[J].沉积学报,2002,20(1):75-79.
 Ying Fengxiang, Yang Shisheng, Zhang Min, et al. Application of laser scanning confocal microscope to the measurement of pore texture in reservoirs [J]. Acta Sedimentologica Sinica, 2002, 20(1):75-79.
- [13] 孙先达,索丽敏,张民志,等.激光共聚焦扫描显微检测技术 在大庆探区储层分析研究中的新进展[J].岩石学报,2005, 21(5):1479-1488.

Sun Xianda, Suo Limin, Zhang Minzhi, et al. New progress of reservoir research by the technology of laser confocal scanning microscope analysis in the Daqing exploration area [J]. Acta Petrologica Sinica, 2005, 21(5): 1479–1488.

- [14] Skauge A, Spildo K, Høiland L, et al. Theoretical and experimental evidence of different wettability classes [J]. Journal of Petroleum Science and Engineering, 2007, 57(3/4):321–333.
- [15] 贾丽华.用核磁共振技术研究特高含水期剩余油分布[J]. 油气田地面工程,2011,30(1):40-42.
 Jia Lihua.Study of remaining oil distribution during the high water cut stage with nuclear magnetic resonance technology[J].
 Oil-Gasfield Surface Engineering,2011,30(1):40-42.
- [16] 刘红现,许长福,胡志明.用核磁共振技术研究剩余油微观 分布[J].特种油气藏,2011,18(1):96-97.
 Liu Hongxian,Xu Changfu,Hu Zhiming.Research on microcos-

mic remaining oil distribution by NMR[J].Special Oil & Gas Reservoirs,2011,18(1):96-97.

- [17] 肖秋生,朱巨义.岩样核磁共振分析方法及其在油田勘探中的应用[J].石油实验地质,2009,31(1):97-100.
 Xiao Qiusheng,Zhu Juyi.Analysis method of rock NMR and its application in oilfield exploration [J]. Petroleum Geology & Experiment,2009,31(1):97-100.
- [18] 王振华,陈刚,李书恒,等.核磁共振岩心实验分析在低孔渗储 层评价中的应用[J].石油实验地质,2014,36(6):773-779.
 Wang Zhenhua, Chen Gang, Li Shuheng, et al. Application of NMR core experimental analysis in evaluation of low-porosity and lowpermeability sandstone reservoirs [J]. Petroleum Geology & Experiment,2014,36(6):773-779.
- [19] 郭公建,谷长春.水驱油孔隙动用规律的核磁共振实验研究[J]. 西安石油大学学报:自然科学版,2005,20(5):45-48.
 Guo Gongjian,Gu Changchun.Experimental study of active pore distribution during water driving by using NMR[J].Journal of Xi' an Shiyou University: Natural Science Edition, 2005, 20(5):45-48.
- [20] Toumelin E, Torres-Verdín C.Influence of oil saturation and wettability on rock resistivity measurements: a uniform pore-scale approach[C].SPWLA 46th Annual Logging Symposium, 2005, 6:26-29.
- [21] Hürlimann M D, Venkataramanan L, Flaum C. The diffusion-spin relaxation time distribution function as an experimental probe to characterize fluid mixtures in porous media [J]. The Journal of Chemical Physics ,2002, 117(22) ;10223-10232.
- [22] 曲岩涛,姜志敏,史京生,等.水驱油过程的核磁共振二维谱研究[J].波谱学杂志,2012,29(1):51-59.
 Qu Yantao,Jiang Zhimin,Shi Jingsheng, et al.Water flooding studied by measuring NMR two-dimensional distribution function[J].
 Chinese Journal of Magnetic Resonance,2012,29(1):51-59.

(编辑 黄 娟)

(上接第653页)

[19] 张文正,杨华,杨奕华,等.鄂尔多斯盆地长7优质烃源岩的 岩石学、元素地球化学特征及发育环境[J].地球化学, 2008,37(1):59-64.

> Zhang Wenzheng, Yang Hua, Yang Yihua, et al. Petrology and element geochemistry and development environment of Yanchang Formation Chang-7 high quality source rocks in Ordos Basin[J].Geochimica,2008,37(1):59-64.

[20] 张文正,杨华,解丽琴,等.鄂尔多斯盆地延长组长7优质烃 源岩中超微化石的发现及意义[J].古生物学报,2011, 50(1):109-117.

> Zhang Wenzheng, Yang Hua, Xie Liqin, et al. Discovery of microand nanno-fossils in high grade hydrocarbon source rocks of the Triassic Yanchang formation chang7 member in Ordos basin and its scientific significance [J]. Acta Palaeontologica Sinica, 2011, 50(1):109-117.

[21] Ancell K L, Price H S, Ford W K. An investigation of the gas

producing and storage mechanism of the Devonian shale at Cottageville field[R].SPE 7938,1979.

- [22] 蒋裕强,董大忠,漆麟,等.页岩气储层的基本特征及其评价[J].天然气工业,2010,30(10):7-12.
 Jiang Yuqiang,Dong Dazhong,Qi Lin,et al.The basic characteristic and evaluation of shale reservoir[J].Natural Gas Industry, 2010,30(10):7-12.
- [23] Kuila U, Prasad M.Compositional controls on mudrock pore-size distribution; an example from Niobrara formation [C]. Texas, USA:Society of Petroleum Engineers Annual Technical Conference and Exhibition, October, 8–10, 2012.
- [24] Sing K S W.Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity[J]. Pure and Applied Chemistry, 1985, 57(4):603-619.
- [25] Gregg S J,Sing K S W.Adsorption, surface area, and porosity[M]. 2nd eds.London: Academic Press, 1982:138-139.