

引用格式:孙志刚,于春磊,陈辉,等.陆相页岩油开发实验技术现状与展望[J].油气地质与采收率,2024,31(5):186-198.
SUN Zhigang, YU Chunlei, CHEN Hui, et al. Progress and prospect of experimental technologies for continental shale oil development[J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2024, 31(5): 186-198.

陆相页岩油开发实验技术现状与展望

孙志刚^{1,2},于春磊^{1,2},陈辉¹,张民^{1,2},孙强^{1,2},贾丽华^{1,2},
孙超¹,陈挺^{1,2},张红欣¹,范菲¹,张礼臻¹

(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.页岩油气富集机理与高效开发全国重点实验室,山东东营257015)

摘要:随着页岩油勘探开发力度不断加大,页岩油开发实验技术在继承常规油藏和页岩气藏实验技术方法的基础上不断发展完善,初步形成了一套油藏物理与渗流机理实验技术体系,为页岩油藏地质评价、油藏工程优化设计及提高采收率提供了有力技术支持。系统总结了孔隙度、渗透率、油水饱和度、润湿性、相对渗透率、渗吸等6项实验技术国内外发展现状,结合陆相页岩油成熟度低、非均质性强、纹层和微裂缝发育等特点,从实验技术的测定方法和原理、关键影响因素和实验控制条件、方法优缺点和技术适用性等方面,提出了各实验技术面临的主要问题、发展趋势和攻关方向。研究表明:①统一岩样清洗溶剂及清洗时间是提高孔隙度不同测定方法之间可对比性的关键,核磁共振测定孔隙度技术是满足矿场快速分析需求的技术发展方向。②非规则、多方向以及模拟地层压力变化的渗透率测定技术是下步技术发展方向。③酒精浸泡法和二维核磁共振(T_1 - T_2)法是页岩油水饱和度测定的技术发展方向,依然面临黏土束缚水、吸附油对测定精度的影响难题。④液滴形态法是页岩油润湿性测定技术的未来发展方向之一,需要对实验方法及表面润湿和自发渗吸2个过程的综合评价方法进行深化研究并统一标准。⑤实验测定和数值方法相结合是获取页岩油藏相对渗透率的有效路径,微量油水量、末端效应校正以及考虑压力时变的技术方法是攻关方向。⑥压后弹性开发中渗吸效果评价、闷井时间优化应采用带压渗吸测定方式,基于核磁共振 T_2 谱、分层 T_2 谱和 T_1 - T_2 谱的带压渗吸测定方法将是重要技术发展方向之一。

关键词:陆相;页岩油;开发实验技术;孔隙度;渗透率;油水饱和度;润湿性;相对渗透率;渗吸

文章编号:1009-9603(2024)05-0186-13

DOI:10.13673/j.pgre.202405022

中图分类号:TE135

文献标识码:A

Progress and prospect of experimental technologies for continental shale oil development

SUN Zhigang^{1,2}, YU Chunlei^{1,2}, CHEN Hui¹, ZHANG Min^{1,2}, SUN Qiang^{1,2}, JIA Lihua^{1,2}, SUN Chao¹, CHEN Ting^{1,2}, ZHANG Hongxin¹, FAN Fei¹, ZHANG Lizhen¹

(1. Exploration and Development Research Institute, Shengli Oilfield Company, SINOPEC, Dongying City, Shandong Province, 257015, China; 2. State Key Laboratory of Shale Oil and Gas Enrichment Mechanisms and Effective Development, Dongying City, Shandong Province, 257015, China)

Abstract: As shale oil exploration and development intensifies, the experimental technologies for shale oil development have been continuously improved while inheriting the experimental technologies and methods of conventional reservoirs and shale gas reservoirs, and a set of experimental technology systems of reservoir physics and flow mechanisms has been initially formed, which provides strong technical support for geological evaluation of shale reservoirs, reservoir engineering optimization design, and enhanced oil recovery. The development status of six experimental technologies in China and abroad, including porosity, permeabil-

收稿日期:2024-05-10。

作者简介:孙志刚(1974—),男,山东莒县人,研究员,硕士,从事油层物理、渗流机理和提高采收率基础理论研究工作。E-mail:sunzhigang707.slyt@sinopec.com。

ity, oil-water saturation, wettability, relative permeability, and imbibition, was systematically summarized. In view of the characteristics of continental shale oil, such as low maturity, strong heterogeneity, and well-developed lamina and micro-fractures, the measurement methods and principles, key influencing factors, control conditions of experiments, advantages and disadvantages and technical applicability of experiment methods were analyzed. The main problems, development trends, and research direction of these experimental technologies were put forward. The results show that ① unifying the cleaning agent and cleaning time of rock samples is the key to improving the comparability of different measurement methods of porosity, and nuclear magnetic resonance measurement of porosity is the technological development direction to meet the needs of rapid analysis in mining fields; ② the irregular and multi-directional permeability measurement technology capable of simulating formation pressure changes is the future technological development direction; ③ the alcohol soaking method and two-dimensional nuclear magnetic resonance (T_1 - T_2) method are the technological development direction of the determination of shale oil-water saturation, but they still face the problem of the influence of clay bound water and adsorbed oil on the determination accuracy; ④ the droplet morphology method is one of the future development directions of measurement technology of shale reservoir wettability, which requires further research and unified standards in experimental methods and comprehensive evaluation methods for surface wetting and spontaneous imbibition processes; ⑤ the combination of experimental measurement and numerical method is an effective way to obtain the relative permeability of shale reservoirs, and the micro-oil and water metering, end-effect correction, as well as technologies and methods considering the time-varying pressure are the key directions; ⑥ pressure imbibition measurement method should be used to evaluate imbibition effect and optimize well kill time in elastic development after fracturing. Pressure imbibition measurement methods based on nuclear magnetic resonance T_2 spectrum, stratification T_2 spectrum, and T_1 - T_2 spectrum will be one of the essential technological development directions.

Key words: continental facies; shale oil; experimental development technologies; porosity; permeability; oil-water saturation; wettability; relative permeability; imbibition

开发实验技术目前没有明确的定义和界定,属于油层物理学范畴,主要是用于研究揭示油气藏开发工程中的物理化学现象、物理过程以及物理量之间的关系的实验室分析方法和物理模拟技术,包括油气藏储层岩石的物理性质、油藏流体的物理性质、多孔介质中的多相渗流机理等^[1]。砂岩油藏的开发实验技术发展至今已经形成了较为完备的技术体系和标准体系。行业主流划分为3类:用于油藏类型判识、油藏工程研究的流体物性测试技术,主要包括油气水的高压物性测试技术和流体相态测试技术等;用于储层评价和地质建模的岩石物性测试技术,包括岩石的孔隙度、渗透率、油水饱和度等;用于多相流体在储层岩石中的分布与流动规律研究和油藏数值模拟的渗流机理实验技术,包括润湿性、毛管压力、相对渗透率、渗吸等。

随着我国陆相页岩油勘探开发的不断深入,在常规油藏实验技术体系的基础上,页岩油藏开发实验技术正在快速发展。在油藏流体物性测试方面,由于实验在压力容器或PVT筒中开展,与页岩微米孔隙尺度无关,基于砂岩油藏建立的流体物性测试技术的温度、压力等关键指标和黏度、密度、PVT等主要方法可以满足页岩油藏要求。在岩石物性测试和渗流机理实验技术方面,由于陆相页岩油藏具有非均质性强、成岩作用弱、演化程度低、裂缝发

育等特点^[2-4],基于砂岩油藏建立的方法和技术用于页岩油藏时在样品前处理方法、温度和压力控制条件、计量和计算方法等诸多方面存在不适用性,国内外学者开展了新条件、新方法、新技术的研究,取得了较大进展。因此,笔者在此重点讨论页岩油藏岩石物性测试和渗流机理实验技术的进展,分析当前实验技术面临的问题和挑战,并展望未来技术发展方向,以期为我国陆相页岩油藏开发实验技术体系建设和相关标准制定提供参考和指导。

1 孔隙度

页岩孔隙度测定分为总孔隙度和有效孔隙度2类,发展至今主要形成了GRI(Gas Research Institute)法、气体膨胀法(GIP)、液体饱和法和核磁共振法共4种方法。总孔隙度测试使用的是粉碎后的颗粒样品,有效孔隙度测试使用的是柱塞样品或块状样品。孔隙度的测试只要获取岩石总体积、颗粒体积和孔隙体积中任意2项即可,一般是通过测试岩石总体积加颗粒体积或孔隙体积的方法,因此孔隙度测试方法命名主要依据颗粒体积或孔隙体积测试方法。

页岩总体积测试方法主要有游标卡尺法、阿基米德汞浸没法和汞驱替法,为了解决游标卡尺法无

法满足非规则样品测量精度以及阿基米德汞浸没法测量周期长、易损伤或污染样品情况,发展了激光3D(三维)扫描技术^[5],通过获取样品表面的三维图计算得到样品总体积。

GRI法用于测定页岩的总孔隙度,测量时将岩样破碎,实现了连通和封闭孔隙的测量^[6-7]。该方法广泛应用于页岩气储层评价,主要原因是页岩气藏有机质内富含大量存储天然气的闭孔^[8-9],只有将岩样粉碎到一定程度才能测量到。该方法不能直接测量样品总体积,需要利用柱塞样品的质量与密度之比导入计算^[10],会导致样品总体积出现较大偏差。针对粉碎颗粒大小这个关键影响因素,GRI法推荐页岩样品粉碎粒径为6.350~0.074 mm可获得稳定的孔隙度^[6],付永红等研究给出的最佳粒径为10.00~0.25 mm^[11]。

气体膨胀法基于波义尔定律原理,测定固定容积内气体充填柱塞或块状页岩孔隙后压力变化并计算得到颗粒体积,由于采用相对分子质量小的氦气作为充注气体,该方法也叫氦气法^[12-13]。在实验过程的压力平衡时间上,考虑到页岩样品微纳米孔隙发育、压力传导速度慢的特点,该方法的国家标准规定压力平衡时间不少于1 200 s^[15],是常规油藏的40倍^[14]。姜柏材等探讨了压力平衡时间对页岩孔隙度测试结果的影响,建议压力平衡时间不低于4 000 s^[16]。

液体饱和法基于阿基米德定律,分别测定饱和和流体岩样在空气中和饱和流体中的质量,通过质量差计算得到孔隙体积^[17-18]。由于页岩矿物组分复杂,孔隙润湿性多样,黏土矿物含量高,脆性强,饱和过程中易破碎,采用液体饱和法准确测定页岩孔隙度有一定难度。蒋裕强等对比了饱和水和饱和油测试结果以及不同实验室的测量结果,指出不同的饱和方式和不同的实验室测量结果差异可达3倍^[19]。这与不同流体对样品的伤害程度、样品润湿性以及样品的前处理条件有关。为了保证测定结果的准确性和可对比性,该方法国家标准指出,为避免黏土矿物膨胀,饱和用流体推荐使用无水乙醇,样品烘干温度不高于105℃^[15]。在样品的烘干条件控制方面,如何避免页岩中矿物结晶水(或结合水、黏土束缚水)的散失是关键。蒋裕强等系统探讨了烘干温度对页岩气储层中自由水、毛细管束缚水、黏土束缚水在孔隙中赋存量的影响,提出80℃是可动水+毛细管束缚水的散失界限,120℃是黏土束缚水开始大量损失的温度界限^[20]。付永

红等探讨了干燥温度、注入压力和不同测试方法对孔隙度测量的影响,认为干燥温度为110℃能有效去除游离水和毛细管束缚水,不会破坏孔隙结构^[21]。

核磁共振法在核磁测井分析孔隙度上应用广泛^[22-25],用于实验室的孔隙度测定相对较少,主要原因是核磁设备昂贵且测定结果为总孔隙度,获取有效孔隙度还需标定。标定方法分2种:一种是利用岩样所在地区或层位已知的不连通孔隙和不可动流体对应的 T_2 截止值平均值进行统一标定;另一种是利用岩样清洗、烘干后二次核磁共振扫描获取的干岩样 T_2 谱进行每块样品的精确标定。总孔隙度测定和经统一标定的有效孔隙度测定方法属于非接触式,具有无损、快速的特点,在满足页岩储层甜点段快速评价和压裂方案制定等生产进度方面具有明显优势。精确标定获取有效孔隙度的核磁共振法在测定精度和周期上与其他方法相近,但该方法实现了对同一块样品的总孔隙度和有效孔隙度精确测定,在研究二者关系上具有显著优势。

综上所述,激光3D(三维)扫描技术具有对样品规则度要求低,非接触式测量避免了样品污染和损失、测试亏损的特点,将是下步岩石总体积测定技术的发展方向。从满足矿场生产进度需求角度,气体膨胀法和液体饱和法需要经过岩样清洗、烘干等前处理过程,测试周期长,难以在短周期内快速完成大批量样品分析。基于核磁共振技术的新鲜不洗油岩样孔隙度快速测定技术将是下步的发展方向。从准确获取页岩油藏有效孔隙度需求角度来看,气体膨胀法和液体饱和法应用广泛、测定精度高,依然是页岩油藏有效孔隙度的主流发展技术,其中样品烘干、洗油等前处理过程控制条件将是下步关注重点。关于蒋裕强等讨论的各实验室、各方法得到的有效孔隙度不能很好对应问题^[20,26],笔者认为重要原因在于样品前处理条件不统一。页岩样品烘干温度国内外学者基本达成一致认识,为避免黏土束缚水大量散失造成孔隙度测定偏大,温度应在110℃上下。在岩样清洗方面,国内外学者研究较少,岩样清洗的控制条件选择和统一性问题将是页岩孔隙度测定结果可对比性的关键所在。

页岩油藏孔隙中的油包含了游离油、吸附油,不同的清洗条件去除油量不同,相应获得的连通孔隙空间大小不同。岩样清洗目的是去除页岩样品内部可溶烃类物质,理论上将连通孔隙中的可溶烃全部去除为最佳,判识方法是清洗后的溶剂在紫外线光源照射下不再有荧光。笔者从几万块次样品

的清洗实践总结认为,清洗时间是关键条件。中高渗透砂岩样品的清洗时间为20~30 d左右,致密砂岩为40~50 d左右,可以达到清洗干净的标准,清洗时间越长、效果越好。但页岩样品并非如此,笔者对3口井200块样品进行试验,使用索式抽提器,采用甲苯作为清洗溶剂,经过90 d依然清洗不干净,此时页岩样品层理大量张开,测定的孔隙度大多超过了10%,孔隙结构严重失真。因此,页岩油藏岩样在追求清洗效果的同时,还需考虑孔隙结构的保真,清洗时间存在一个合理时间段。采用什么样的清洗溶剂以及不同清洗溶剂的合理清洗时间需要进一步深化研究。

2 渗透率

当前页岩渗透率测试方法主要包括稳态法、脉冲衰减法(PDP)和岩屑压力衰减法(GRI),其中稳态法与脉冲衰减法应用更为广泛^[27]。稳态法的理论基础为达西定律,测试方法原理简单,计算方便,但在测试致密样品时受流量低的影响,导致流速计量误差偏大。高家碧等提出稳态法适用于渗透率大于 10^{-5} mD的岩样^[28]。脉冲衰减法于1968年由BRACE等^[29]建立,基于一维非稳态渗流理论,通过记录岩样孔隙压力随时间的变化,结合相应数学模型以及初始、边界条件,对渗流方程进行精确求解,或者对压力-流量曲线进行拟合得到岩心渗透率。与稳态法相比,脉冲衰减法不需要记录岩样出口流速,具有较高的测试精度,有效测定范围为 10^{-8} ~ 10^{-1} mD,在页岩等致密储层中的应用越来越广泛^[30-32]。岩屑压力衰减法于1993年由LUFFEL等提出^[33],目前是美国测试页岩渗透率的主要方法。页岩样品被粉碎和筛选成粒径为0.5~0.85 mm的颗粒,记录氦气膨胀到样品内部过程中的压力衰减数据,根据压力衰减曲线计算渗透率,测定范围为 10^{-10} ~ 10^{-3} mD。由于陆相页岩油藏渗透率一般大于 10^{-6} mD,因此实验室一般建立稳态法和脉冲衰减法即可满足需求。

上述方法一般是在地面条件或模拟地层净上覆压力条件开展的气测渗透率,主要用于页岩储层静态参数评价。随着页岩油气压裂开发规模化应用,考虑压后储层流固作用和应力敏感的渗透率测定技术和动态评价同步开展。郭为等利用脉冲衰减法测量渗透率,发现页岩的渗透率随着内压的降低而下降,随着净上覆压力的增加而下降,页岩对

外压的敏感效应远远大于对内压的敏感效应^[34]。张焯等采用Smart-Perm超低渗透率测试系统开展了应力敏感性实验评价,认为闭合型页岩天然裂缝应力敏感性强于张开型页岩^[35]。游利军等采用SCMS-C型高温高压岩心多参数自动测试系统,开展了压裂液浸润对页岩储层应力敏感性的影响研究,认为压裂液与页岩的物理化学作用会降低页岩裂缝表面强度,使页岩微裂缝更易压缩闭合,强化了页岩应力敏感性^[36]。张骞等实验采用AP-608自动孔渗仪,利用净上覆压力模仿水力压裂的增压,测试净覆压力下页岩渗透性。通过渗透率压缩率、应力敏感系数和净覆压力的关系来描述页岩储层的应力敏感性^[37]。

综上所述,地面条件下渗透率可采用常规稳态法测试,地层条件下渗透率可采用脉冲衰减法测试。考虑方法测量精度使用范围,渗透率小于 10^{-3} mD时建议采用脉冲衰减法,不建议采用GRI法。GRI法不能对测试的岩屑施加围压,会导致测量结果偏大,同时将岩样粉碎为颗粒的过程会丢失部分层理缝对渗透率的贡献,导致测量结果偏小。

页岩油储层纹层/层理缝发育^[38-40],由此带来的样品制备、各向异性以及应力敏感性将是页岩渗透率测定技术的攻关方向。纹层和微裂缝越发育,越是甜点评价的重点储层,但由于难以钻取规则圆柱样品造成无法开展渗透率评价,因此发展非规则形状样品的渗透率测试技术具有非常大的实际应用价值。同时,陆相页岩非均质性强、渗透率各向异性显著,通过钻取不同方向多块岩样进行测试,除了垂直层理或裂缝钻取样品难之外,因取样位置不同造成的差异问题难以校正,因此建立在1块岩样上同时测定多方向渗透率的技术意义重大。另外,页岩储层流固作用强,准确评价压后储层渗透率的动态变化规律对于开发优化技术的建立更具意义,因此建立可以模拟页岩“压-闷-采”过程随地层压力变化的渗透率测定技术是下步发展方向。

3 油水饱和度

页岩油藏饱和度测试包括含油饱和度与含水饱和度2个参数,目前尚未形成统一的标准方法。《页岩孔隙度、渗透率和饱和度测定》中针对页岩气藏测量含水饱和度推荐了液体饱和法、核磁共振法(T_2)2种方法^[15],其测定原理不适用于页岩油藏油水饱和度测定。目前也有实验室采用《岩心分析方

法》^[14]中针对常规油藏油水饱和度测定推荐的蒸馏抽提法和常压干馏法。蒸馏抽提法利用 Dean Stark 装置将岩样中的水蒸馏出来,同时利用溶剂把油抽提出来,通过冷凝收集计量岩样中的水体积,通过蒸馏前后的重量差计算油体积。由于在冷凝过程中水存在散失,部分水会附着在计量管壁上,造成水体积的计量存在误差。该误差对于中高渗透砂岩影响小,但对于孔隙致密、孔隙体积小、含水量少的页岩,较长的蒸馏抽提过程,散失水量和附壁水量对实验结果影响很大,不适合页岩油水饱和度测量。常压干馏法测量时需2块平行样,将其中1块岩样破碎干馏获得油、水体积,另1块岩样用来确定岩样孔隙度,2块岩样的非均质性会影响测定结果。同时,测量时需要升温到538~649℃,高温环境下页岩中固态烃类会裂解,导致含油饱和度偏高,高温下黏土束缚水大量散失,造成含水饱和度测量偏高。

薛清太等针对页岩油藏油水饱和度测定提出了酒精浸泡法,根据酒精与水无限互溶的原理,将岩样浸泡在一定体积的无水酒精中,利用水分子浓度扩散原理,经过20~40 d浸泡,采油 Karl Fischer 滴定法分析酒精中水的含量,进而计算得到岩样中的含水量,油体积的测量方式与蒸馏抽提法相同^[41]。该方法避免了蒸馏抽提法蒸馏冷凝过程和常压干馏法中高温干馏过程带来的测量偏差问题,在页岩油水饱和度测定方面具有技术优势。但是由于测定过程需要长时间浸泡,酒精中会包含部分未占孔隙体积的黏土束缚水,导致含水饱和度偏高,如何校正将是下步攻关重点。

核磁共振法是近几年发展起来的页岩油水饱和度测量的新技术,包括一维核磁共振(T_2)法和二维核磁共振(T_1 - T_2)法。一维核磁共振(T_2)法^[5,42]无法直接区分油和水的信号,实验过程中需要将岩样浸泡在含有二价锰离子的盐水中,利用顺磁离子在磁场中的作用来区分油和水的信号,由于浸泡过程中会发生渗吸现象,导致测定的含水量偏高、含油量偏低。二维核磁共振法^[43-45]利用聚类分析技术可直接将油、水信号区分开,通过储层油水的信号量标定,将样品的信号量转化成体积值,信号总量作为总孔隙体积,标定后的油和水体积与总孔隙体积的比作为含油饱和度和含水饱和度。该方法面临的最主要问题是如何区分有效储集空间和无效储集空间的含油量和含水量。核磁共振法的核磁信号既包含了有效储集空间内的可动油、可动水、毛

管束缚水信号,也包含了不占有效储集空间的吸附油、黏土束缚水、固态有机质以及不连通孔隙内的油水信号。总信号量转化为油水的体积之和要大于样品的有效孔隙体积,不占有效储集空间的含氢信号占比越大,误差越大。针对该问题,王伟等研究了不同类型黏土束缚水的核磁共振弛豫时间,提出了页岩油储层核磁有效孔隙度起算时间为1.7 ms^[46],解决了黏土束缚水的影响问题,但其他不占有效孔隙体积的信号影响还未得到校正。

综上所述,相比常规油藏和页岩气藏,陆相页岩油藏相对较低的成熟度和相对高的黏土矿物含量,准确测定有效孔隙体积和有效孔隙体积内的油、水量是最大难题。有效孔隙体积的测量问题在本文有效孔隙度篇章已论述。油、水量的测定可采用酒精浸泡法和二维核磁共振法。酒精浸泡法实现了在1块样品上常温环境下的含水饱和度的精确测定,解决了测量过程中水的挥发散失问题和高温造成的黏土束缚水大量散失问题,但需要解决酒精浸泡萃取水中含有部分不占有效孔隙体积的黏土束缚水对测量结果影响的难题。二维核磁共振法属于非接触测量,速度快,可以最大程度保障孔隙结构和油水分布状态的真实性,但需要解决不占有效孔隙空间中吸附油、黏土束缚水、固态有机质信号对测量结果影响的难题。

4 润湿性

页岩润湿性由页岩、油和水三者之间的相互作用决定,而且这种相互作用会随着储层条件(压力、温度和流体饱和度)等的变化而改变^[47]。页岩主要由黏土级的碎屑型细粒矿物组成,且在矿物含量、分布及结构上存在很大差异,页岩发育的孔缝系统进一步增加了页岩润湿性测试的复杂性。除了基质矿物组成,页岩中有机质成熟度、总有机碳含量(TOC)和干酪根含量也对页岩微观和宏观尺度上润湿性的变化起着重要作用^[48-50]。页岩润湿性的复杂性对传统润湿性测试技术的可靠性带来了新的挑战。

目前岩石润湿性定量测试方法主要包括自吸法(Amott)、离心法(USBM)、接触角法和核磁共振法。由于页岩的孔隙度和渗透率较低,在常规的压力和时间尺度上,难以发生可计量的流动,常规储层岩石润湿性通常使用的自吸法^[51]和离心法^[52]几乎无法应用于页岩润湿性的测量。

接触角法可以有效表征储层条件下岩石的表面润湿性^[53-54],但是受页岩表面异质性(矿物组成、粗糙度等)影响较大。由于需要加工成岩石薄片的方式进行测定,无法表征影响多孔介质流体分布和流动特性的孔隙润湿性。2019年HAMID等基于接触角法提出了液滴形态法进行页岩油储层润湿性测定^[55],由于可对岩样直接进行测定,无需加工成岩石薄片,可以较好地反映岩样内部微观孔隙结构和流体分布特征。同时针对表面非均质性问题提出实验测试前预先采用扫描电镜(SEM)对样品表面异质性进行评价,选择代表性区域进行页岩润湿性评价,最大程度代表页岩整体润湿性。

核磁共振法是应用较多的页岩润湿性测量技术,最早是由BROWN等^[56]于1956年提出,逐渐从定性评价发展成为一种定量评价方法^[57-61]。AUSTAD等运用核磁共振法测试页岩储层的润湿性^[59],该方法只需将岩样自吸油/水后的流体弛豫时间(T_2)与其体弛豫时间对比便可得到储层润湿性,实验原理和操作简单,但是由于自吸阶段时间长达2 d,实验效率低,同时只进行了自发渗吸阶段,没有驱替阶段,因此润湿性测量结果不能代表岩样整体特征。随着二维核磁共振技术的出现和发展,扩散-弛豫($D-T_2$)和 T_1-T_2 二维图谱评价储层润湿性的技术得到应用。MINH等借助 $D-T_2$ 图谱建立了一种润湿性的表征方法^[60],但该方法难以适用于具有极短弛豫组分的页岩油储层。肖文联等建立了基于核磁共振 T_1-T_2 二维图谱评价润湿性的方法^[61],该方法需要通过水驱油建立束缚水状态,面临页岩驱替实验难度大、周期长的问题。

综上所述,陆相页岩油藏原位润湿性非常复杂,页岩矿物组成、有机质含量和成熟度差异、孔隙和裂缝结构的影响增加了页岩润湿性测试的难度,当前使用的几种润湿性测试方法均具有一定的不适应性,尤其是需要通过自吸、驱替方式改变不同流体分布实现评价润湿性的自吸法、离心法和核磁共振法,测试周期长、计量难度大,难以满足基于大量实验开展陆相页岩油藏不同盆地、凹陷和洼陷平面及纵向润湿性分布规律的研究需要。在这方面,笔者认为基于接触角法建立的液滴形态法将是页岩润湿性测定技术的未来发展方向之一。该方法可针对新鲜岩样直接测定,无需自吸和驱替过程,也不受样品形状限制。同时,该方法包含了2个物理过程,即液滴在样品表面的润湿过程和自发渗吸带来的内部润湿过程,通过对表面润湿过程和内部

润湿过程进行综合评价,可以最大程度代表页岩整体润湿性。由于页岩矿物组成和有机质差异性的影响,实验前应当采用显微镜进行样品表面性质的预判识,选择代表性区域进行多次测试,通过统计分析客观评价页岩润湿性。对于有明显裂缝区域进行单独润湿性测定,可以定量分析裂缝对于页岩润湿性和自吸的影响。考虑测试环境、饱和历史等人为实验条件的影响,建议在储层温度和压力条件下,采用地层流体饱和页岩样品进行测试。由于该方法还处于研究前期阶段,实验测定步骤和综合评价指标仍需进一步研究并统一标准。

5 相对渗透率

陆相断陷湖盆页岩油藏纵向厚度大、地层温压跨度大、油气多相流体共存,揭示多相流体流动规律是页岩油藏数值模拟和开发优化设计关键。早期研究常将页岩油简化为单相流体^[62],为描述页岩油在储层中的渗流特征及影响因素,研究对象从单相流体逐步延伸到两相流体。国内外学者针对页岩气水相对渗透率开展了一些研究工作,2007年BENNION等利用加拿大亚伯达页岩岩心,开展了渗吸和排驱实验,利用历史拟合的方法来估算气水相对渗透率^[63]。2010年DACY通过串联7组岩心夹持器来测量页岩的气水相对渗透率曲线^[64],该方法包括测量端点渗透率、临界气体饱和度,以及在渗吸和排驱过程中不同渗透率岩心的有效气体渗透率计算,但由于缺乏页岩孔隙中气水两相流动方程,计算时采用了半经验方法。2016年YASSIN等考虑了有机和无机孔隙不同的润湿性,建立了气水相对渗透率的概念模型,并与渗吸实验结果进行了对比^[65]。相比气水相对渗透率,油水两相渗流阻力大、渗流能力差,基于物理模拟实验来获取页岩油水相对渗透率难度更大^[64],目前国内外尚无成熟实验测试方法。一方面由于页岩孔隙致密造成实验驱替压力高(最高可以达到400 MPa^[66])、流量低、周期长;另一方面低流度条件下会产生末端效应问题^[67],造成相对渗透率测定误差,渗透率越低、渗流速度越小,末端效应越明显,误差越大。三段岩心法、半渗透隔板法、提高驱替速度等方法是一般低渗透和中高渗透岩心降低末端效应的有效方法,但无法满足页岩油藏低渗透致密特征的要求^[67-69]。苏玉亮等从数据处理途径,建立了考虑末端效应的油水两相驱替数值模拟模型并制定校正图版,为消除

致密砂岩岩心中末端效应对相对渗透率的误差提供了有效方法^[70]。

由于物理模拟实验难度大,目前国内外学者广泛采用数值计算的方法来获取页岩的相对渗透率曲线,主要方法包括孔隙网络方法^[71-74]、理论模型方法^[75-77]、分子动力学模拟方法(MDS)^[65,78-80]和格子玻尔兹曼模拟方法(LBM)等^[81-82]。王静怡等以济阳坳陷沙河街组泥页岩储层为研究对象,在利用聚焦离子束扫描电镜系统进行CT扫描成像的基础上建立了孔隙网络模型,结合 Navier-Stokes 方程,构建了油水两相的渗流数学模型,并对油水两相在微尺度的流动行为进行了模拟研究^[73]。LI等在综合分析单个孔隙内的两相流动特性和孔隙的分形结构后,提出了一种计算页岩中相对渗透率的方法,并探讨了孔隙的大小与结构对于相对渗透率特性所产生的影响^[76]。SU等针对页岩中有机与无机孔隙对油水分布的特点,提出了一种计算页岩油水相对渗透率的方法^[77]。ZHAN等采用分子动力学模拟方法探究了纳米孔隙中油水两相流动的行为,并在WANG等^[75]所提出的模型基础上,进一步考虑了液-液(即油水界面)的滑移现象^[78]。王森利用分子动力学模拟方法研究了石英、方解石、有机质组成的纳米孔隙内流体流动的基本原理,模拟了孔隙大小、压力、温度以及流体组分等因素对流体运动状态的影响^[79]。ZHAO等利用格子玻尔兹曼模拟方法研究了纳米孔隙结构对限域空间内介质运动的影响,并根据模拟结果,为不同形态纳米孔隙中介质运动构建了经验性公式^[82]。

综上所述,陆相页岩油藏孔缝尺度跨度大,压裂后渗流空间形态及结构复杂,应力敏感性强,流动规律非常复杂,利用数值计算的方法来获取页岩多相流动的相对渗透率曲线在模型构建、流体性质和矿物类型等方面存在诸多简化和假设条件,准确程度有待物理模拟验证。通过实验方法获取陆相页岩油藏不同岩相不同微观孔隙结构的油水相对渗透率,再进行数值方法的拟合和拓展是更加科学合理的技术路线。然而页岩油藏油水相对渗透率实验测定面临诸多关键问题。一是超低速渗流实验条件下的油、水量精确计量问题。页岩油藏油水相对渗透率实验的渗流速度低,一般要小于 10^{-4} cm/min,常规油藏相对渗透率实验的计量方法和精度都无法满足要求,需要发展 10^{-5} mL/min 流量级别的微量计量技术。二是超低速渗流实验条件下的末端效应问题,需要基于末端效应产生机理,建立考

虑页岩毛细管力作用下的末端效应校正方法。三是强应力敏感性引起的压力时变问题。页岩压裂开采过程中,基质中微裂缝随应力变化不断改变,相对渗透率不仅是饱和度的函数,还是有效应力的函数,具有时变性特征。因此,考虑多尺度孔缝系统随压力时变的相对渗透率实验技术是未来发展方向。

6 渗吸

页岩储层一般需要水力压裂技术进行开发,压裂液在储层中发生渗吸置换是页岩油藏开发的重要机理。通过测定不同压裂液体系的渗吸效率和速率,开展压裂液配方优选及压后闷井时间优化研究,对提高页岩油藏压裂弹性开发采收率具有重要意义。按照渗吸测定的计量方式不同主要分为体积法、重量法、核磁共振法和CT扫描法。体积法通过对渗吸排出的油在浮力作用下脱离样品后进行收集计量^[83-84]。该方法属于经典方法,对设备要求不高、实验操作简便,但由于页岩样品渗吸出的油滴小、浮力小,极易附着在岩心壁上难以上浮脱离,导致置换油量的计量精度大幅降低。重量法是使用高精度天平称量渗吸过程岩样的质量变化计算渗吸排出的油量^[85-87],该方法优点与体积法相同,但由于新鲜页岩岩样原油密度难以准确获取、高矿化度水的密度难以准确确定,只适用于经过洗油、烘干后二次饱和模拟油的样品。随着岩石物理核磁共振技术的发展,核磁共振法逐渐成为了页岩渗吸测定的主流技术^[88-90]。该方法通过检测岩样中流体的氢原子核数量的变化计量不同时间阶段渗吸流体对岩样中油的置换量。由于可利用流体中含氢数量相对变化量进行计算,可避免因不同流体含氢指数测量不准确而造成计算误差,因此计量精度高。与体积法、重量法相比,该方法在渗吸微观动用机理和渗吸距离研究方面具有独特的技术优势。王彪等利用核磁共振法评价了润湿性、裂缝、孔隙度、渗透率、表面活性剂浓度及类型等因素对页岩储层渗吸效率的影响,明确了渗吸过程中不同孔隙内原油分布特征及动用情况^[91]。杨建等利用核磁共振分层 T_2 谱扫描技术开展了不同压力、毛细管力和渗透压力的页岩基质流体渗吸距离研究^[92]。CT扫描法^[93-94]通过测定X射线衰减系数获得流体在样品内部的定量分布,该方法的技术优势是可以研究渗吸前缘变化规律,解决体积法和重量法在实验中

的挂壁效应,但受仪器自身精度影响对实验结果影响很大。

随着渗吸研究的深入,渗吸实验技术也从自发渗吸^[95-97]向带压渗吸^[84,88-90],从静态渗吸^[83,98-99]向动态渗吸^[99-102]发展。自发渗吸与静态渗吸都是在无外部驱动压差条件下,测定毛细管力作用下的渗吸效率、渗吸平衡时间、渗吸速度等参数,评价页岩储层本身特征对压裂液的渗吸能力,开展储层物性、微观孔隙结构、表面润湿性等因素对渗吸参数的影响研究以及筛选渗吸流体配方等。黄睿哲等对页岩样品进行自发渗吸实验,探讨孔隙连通性、页理方向和矿物组成对页岩储层自发渗吸速率的影响,并利用自发渗吸曲线斜率评价页岩储层的孔隙连通性^[85]。张金凤等利用核磁共振法开展静态渗吸实验,对页岩岩心在表面活性剂溶液中的渗吸驱油效果进行了研究,认为表面活性剂能够通过降低油水界面张力和改变岩石润湿性提高页岩岩心的渗吸驱油效率^[88]。

带压渗吸和动态渗吸则是模拟有压差驱动条件下的渗吸过程,由于二者对应的开发方式不同,实验方法有所区别。带压渗吸主要是模拟压裂吞吐弹性开发方式下不同压力条件的渗吸效率、渗吸距离,用于评价不同渗吸时间下毛细管力与驱动力作用占比的变化,指导合理闷井时间的优化。江昀等利用核磁共振法开展了带压渗吸实验,分析自发与带压渗吸的异同,同时在岩心尺度上建立了带压渗吸无因次时间模型,为确定油藏尺度压后闷井时间提供了新思路^[84]。张衍君等利用带压渗吸测定的渗吸平衡时间研究了最优闷井时间^[103]。动态渗吸主要是模拟裂缝性油藏水驱开发方式下不同注水速度条件的渗吸采收率,用于评价不同注水速度下毛细管力与驱动力作用占比,指导合理注水速度优化。金智荣等开展了动、静态渗吸对比实验,分别评价了初始渗透率、孔隙结构、渗吸压力、裂缝、边界条件及渗吸介质等因素对低渗透储层渗吸驱油效果的影响^[98]。王家禄等就裂缝内驱替速度、油水黏度比、润湿性、初始含水饱和度等参数对动态渗吸效果的影响进行了实验研究^[100]。

综上所述,按照目前在页岩油开发中开展渗吸测定的目的可以分为2类:一类是以不同配方压裂液体体系的渗吸效果评价和优选为目的,通过评价压裂液中不同添加剂类型和浓度条件下的渗吸效果,筛选最佳配方。该类渗吸测定只评价毛细管力作用的渗吸效果,采用自发渗吸(静态渗吸)进行测

定。另一类是以模拟页岩油藏压裂开发压后吞吐开采过程的渗吸效果评价、闷井时间优化为目的,通过不同闷井时间的渗吸效率测定结果优化闷井时间。该类渗吸测定不仅与毛细管力有关,还与驱动力相关,应采用带压渗吸的边界条件模拟方式。

目前国内外自发渗吸(静态渗吸)测定的4种方法中,体积法普遍存在挂壁现象,CT扫描法难以满足页岩油藏微纳米孔隙级别的测试精度,重量法无法满足新鲜岩样的渗吸测定要求。基于核磁共振技术的测试方法在测试精度、测试参数的丰富性方面具有优势,模拟油藏高温高压条件下的核磁共振渗吸测定技术将是页岩油藏渗吸实验的主要发展技术,包括用于渗吸效率、渗吸速度测定的核磁共振 T_2 谱测试技术、用于渗吸距离和渗吸路径的微动用程度测定的核磁共振分层 T_2 谱测试技术以及用于渗吸过程油水微观分布动态变化的二维核磁共振(T_1 - T_2)测试技术。

7 结论

(1)气体膨胀法和液体饱和法是页岩油藏有效孔隙度精确测定的主流技术,但还需针对页岩样品孔隙结构保真前提下的不同清洗溶剂的合理清洗时间界限开展深入研究并统一标准。在快速批量分析、满足矿场生产进度需求方面,基于激光3D扫描技术的岩石总体积快速测定技术和基于核磁共振技术的新鲜不洗油岩样孔隙度快速测定技术具有显著优势,将是下步技术发展方向。

(2)稳态法和脉冲衰减法是陆相页岩油藏渗透率的主流技术,不建议采用GRI法。针对页岩油储层纹层/层理缝发育特点带来的规则样品制备难、各向异性和应力敏感性强等问题,应着重发展非规则形状样品的渗透率测试技术、1块页岩样品同时获取不同方向渗透率的测试技术和可模拟页岩“压-闷-采”过程随地层压力变化的渗透率测定技术。

(3)酒精浸泡法和二维核磁共振法是陆相页岩油藏油水饱和度测定的主要发展技术,2种方法目前依然面临有效孔隙体积内油、水量精确测定或校正难题。酒精浸泡法需要解决酒精浸泡萃取水中含有部分不占有有效孔隙体积的黏土束缚水对测定结果影响难题。二维核磁共振(T_1 - T_2)法需要解决不占有有效孔隙空间中吸附油、黏土束缚水、固态有机质信号对测定结果影响难题。

(4)液滴形态法是陆相页岩油藏润湿性测定技

术的未来发展方向之一,在实验测定方法和综合评价方法方面还需进一步研究并统一标准。在测定方法方面,需要统一实验前代表性区域的选择方法,形成在储层温度和压力条件下的多点测试技术;在评价方法方面,需要建立液滴在样品表面润湿过程及自发渗吸内部润湿过程的综合评价指标。

(5)实验测定和数值方法相结合是获取陆相页岩油藏油水相对渗透率更加科学有效的技术路线。超低速渗流实验条件下的油、水量精确计量问题、末端效应问题和强应力敏感性引起的压力时变问题是页岩油藏油水相对渗透率实验测定面临的关键问题,建立 10^{-5} mL/min 流量级别的微量计量方法、考虑毛细管力作用下的末端效应校正方法和多尺度孔缝系统随压力时变的相对渗透率测定技术是未来发展方向。

(6)实验的目的决定了渗吸测定的方式。以不同配方压裂液体体系的渗吸效果评价和优选为目的的渗吸测定可采用自发渗吸(静态渗吸)方式,以模拟页岩油藏压裂开发压后吞吐开采过程中渗吸效果评价、闷井时间优化为目的的渗吸实验应采用带压渗吸方式。核磁共振法在测试精度、测定参数的丰富性方面具有显著优势,模拟油藏高温高压条件下的核磁共振 T_2 谱、分层 T_2 谱和 T_1 - T_2 谱渗吸测定技术将是页岩油藏渗吸实验技术的重要发展方向。

参考文献

- [1] 杨胜来,魏俊之.油层物理学[M].北京:石油工业出版社,2004.
YANG Shenglai, WEI Junzhi. Reservoir physics [M]. Beijing: Petroleum Industry Press, 2004.
- [2] 宋明水.济阳坳陷页岩油勘探实践与现状[J].油气地质与采收率,2019,26(1):1-12.
SONG Mingshui. Practice and current status of shale oil exploration in Jiyang Depression [J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2019, 26(1): 1-12.
- [3] 赵文智,朱如凯,张婧雅,等.中国陆相页岩油类型、勘探开发现状与发展趋势[J].中国石油勘探,2023,28(4):1-13.
ZHAO Wenzhi, ZHU Rukai, ZHANG Jingya, et al. Classification, exploration and development status and development trend of continental shale oil in China [J]. China Petroleum Exploration, 2023, 28(4): 1-13.
- [4] 杨勇.济阳陆相断陷盆地页岩油富集高产规律[J].油气地质与采收率,2023,30(1):1-20.
YANG Yong. Enrichment and high production regularities of shale oil reservoirs in continental rift basin: A case study of Jiyang Depression, Bohai Bay Basin [J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2023, 30(1): 1-20.
- [5] 高玉巧,蔡潇,何希鹏,等.页岩气勘探开发实验测试技术挑战与发展方向[J].油气藏评价与开发,2021,11(2):164-175.
GAO Yuqiao, CAI Xiao, HE Xipeng, et al. Challenges and development direction of experimental testing technology for shale gas exploration and development [J]. Petroleum Reservoir Evaluation and Development, 2021, 11(2): 164-175.
- [6] LUFFEL D L, GUIDRY F K. New core analysis methods for measuring reservoir rock properties of Devonian shale [J]. Journal of Petroleum Technology, 1992, 44(11): 1 184-1 190.
- [7] LUFFEL D L, GUIDRY F K, CURTIS J B. Evaluation of Devonian shale with new core and log analysis methods [J]. Journal of Petroleum Technology, 1992, 44(11): 1 192-1 197.
- [8] BAHADUR J, RADLINSKI A P, MELNICHENKO Y B, et al. Small-angle and ultrasmall-angle neutron scattering (SANS/USANS) study of New Albany Shale: a treatise on microporosity [J]. Energy & Fuels, 2015, 29(2): 567-576.
- [9] SUN Mengdi, YU Bingsong, HU Qinhong, et al. Pore characteristics of Longmaxi Shale gas reservoir in the northwest of Guizhou, China: investigations using small-angle neutron scattering (SANS), helium pycnometry, and gas sorption isotherm [J]. International Journal of Coal Geology, 2017, 171: 61-68.
- [10] KUILA U, MCCARTY D K, DERKOWSKI A, et al. Total porosity measurement in gas shales by the water immersion porosimetry (WIP) method [J]. Fuel, 2014, 117(1): 1 115-1 129.
- [11] 付永红,蒋裕强,夏国勇,等.海相页岩孔隙度GRI测定方法优化[J].天然气工业,2020,40(10):20-28.
FU Yonghong, JIANG Yuqiang, XIA Guoyong, et al. Optimization of GRI porosity determination method for marine shale [J]. Natural Gas Industry, 2020, 40(10): 20-28.
- [12] SUN Jianmeng, DONG Xu, WANG Jinjie, et al. Measurement of total porosity for gas shales by gas injection porosimetry (GIP) method [J]. Fuel, 2016, 186: 694-707.
- [13] MALBRUNOT P, VIDAL D, VERMESSE J. Storage of gases at room temperature by adsorption at high pressure [J]. Applied Thermal Engineering, 1996, 16(5): 375-382.
- [14] 曲岩涛,戴志坚,李桂梅,等.岩心分析方法:GB/T 29127—2012[S].北京:中国标准出版社,2013.
QU Yantao, DAI Zhijian, LI Guimei, et al. Practices for core analysis: GB/T 29127-2012 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2013.
- [15] 张伟,伦增珉,王丽,等.页岩孔隙度、渗透率和饱和度测定:GB/T 34533—2023[S].北京:中国标准出版社,2024.
ZHANG Wei, LUN Zengmin, WANG Li, et al. Determination of porosity, permeability and saturation of shale: GB/T 34533-2023 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2024.
- [16] 姜柏材,郭和坤,沈瑞,等.基于热力学平衡方程的孔隙度实验方法研究[J].科学技术与工程,2016,16(23):150-154.
JIANG Bocai, GUO Hekun, SHEN Rui, et al. Experimental method of porosity based on the thermodynamic equilibrium equation [J]. Science Technology and Engineering, 2016, 16(23): 150-154.
- [17] KUILA U, MCCARTY D K, DERKOWSKIA, et al. Total porosity measurement in gas shales by the water immersion porosimetry (WIP) method [J]. Fuel, 2014, 117: 1 115-1 129.
- [18] TOPÓR T, DERKOWSKI A, KUILA U, et al. Dual liquid po-

- rosimetry: a porosity measurement technique for oil- and gas-bearing shales [J]. *Fuel*, 2016, 183: 537-549.
- [19] 蒋裕强,刘雄伟,付永红,等.渝西地区海相页岩储层孔隙有效性评价[J].*石油学报*,2019,40(10):1 233-1 243.
JIANG Yuqiang, LIU Xiongwei, FU Yonghong, et al. Evaluation of effective porosity in marine shale reservoir, western Chongqing [J]. *Acta Petrolei Sinica*, 2019, 40 (10) : 1 233-1 243.
- [20] 蒋裕强,付永红,谢军,等.海相页岩气储层评价发展趋势与综合评价体系[J].*天然气工业*,2019,39(10):1-9.
JIANG Yuqiang, FU Yonghong, XIE Jun, et al. Development trend of marine shale gas reservoir evaluation and a suitable comprehensive evaluation system [J]. *Natural Gas Industry*, 2019, 39(10): 1-9.
- [21] 付永红,司马立强,张楷晨,等.页岩岩心气测孔隙度测量参数初探与对比[J].*特种油气藏*,2018,25(3):144-148, 174.
FU Yonghong, SIMA Liqiang, ZHANG Kaichen, et al. Preliminary study and comparison of shale core gas-porosity test parameters [J]. *Special Oil & Gas Reservoirs*, 2018, 25 (3) : 144-148, 174.
- [22] LI J, LU S, CHEN G, et al. A new method for measuring shale porosity with low-field nuclear magnetic resonance considering non-fluid signals [J]. *Marine and Petroleum Geology*, 2019, 102: 535-543.
- [23] XU H, TANG D, ZHAO J, et al. A precise measurement method for shale porosity with low-field nuclear magnetic resonance: a case study of the Carboniferous-Permian strata in the Linxing area, eastern Ordos Basin, China [J]. *Fuel*, 2015, 143: 47-54.
- [24] 谢然红,肖立志,邓克俊.核磁共振测井孔隙度观测模式与处理方法研究[J].*地球物理学报*,2006,49(5):1 567-1 572.
XIE Ranhong, XIAO Lizhi, DENG Kejun. NMR logging porosity activation and data processing method [J]. *Chinese Journal of Geophysics*, 2006, 49(5) : 1 567-1 572.
- [25] 高强勇,王昕,高建英,等.致密岩心核磁共振孔隙度影响因素分析[J].*测井技术*,2021,45(4):424-430.
GAO Qiangyong, WANG Xin, GAO Jianying, et al. Analysis for influencing factors of NMR porosity in tight core [J]. *Well Logging Technology*, 2021, 45(4) : 424-430.
- [26] 李新,刘鹏,罗燕颖,等.页岩气储层岩心孔隙度测量影响因素分析[J].*地球物理学进展*,2015,30(5):2 181-2 187.
LI Xin, LIU Peng, LUO Yanying, et al. Analysis of influencing factors on porosity measurement of shale gas reservoir core [J]. *Progress in Geophysics*, 2015, 30(5) : 2 181-2 187.
- [27] 杨术刚,张坤峰,刘双星,等.页岩渗透率测定方法及影响因素研究进展[J].*油气地质与采收率*,2023,30(5):31-40.
YANG Shugang, ZHANG Kunfeng, LIU Shuangxing, et al. Research progress on measurement methods and influencing factors of shale permeability [J]. *Petroleum Geology and Recovery Efficiency*, 2023, 30(5) : 31-40.
- [28] 高家碧,孙良田,王章瑞.一种非常规致密岩石物性测试系统的理论模型[J].*石油学报*,1991,12(4):90-95.
GAO Jiabi, SUN Liangtian, WANG Zhangrui. An noncontional system for the measurement of petrophysical properties of tight reservoir rock [J]. *Acta Petrolei Sinica*, 1991, 12(4) : 90-95.
- [29] BRACE W F, WALSH J B, FRANGOS W T. Permeability of granite under high pressure [J]. *Journal of Geophysical Research*, 1968, 73(6) : 2 225-2 236.
- [30] SANDERR R, PAN Z J, CONNELL L D, et al. Laboratory measurement of low permeability unconventional gas reservoir rocks: A review of experimental methods [J]. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 2017, 37: 248-279.
- [31] LYU Q, SHI J D, RANJITH P G. Effects of testing method, lithology and fluid-rock interactions on shale permeability: A review of laboratory measurements [J]. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 2020, 78: 103302.
- [32] 陆朝晖,贾云中,汤积仁,等.深层页岩剪切滑移裂缝渗透率变化规律[J].*天然气工业*,2021,41(1):146-153.
LU Chaohui, JIA Yunzhong, TANG Jiren, et al. Evolution laws of fracture permeability of deep shale in the process of shear slip [J]. *Natural Gas Industry*, 2021, 41(1) : 146-153.
- [33] LUFFEL D L, HOPKINS C W, SCHEITTLER J P D. Matrix permeability measurement of gas productive shales [R]. SPE 26633, 1993.
- [34] 郭为,熊伟,高树生.页岩气藏应力敏感效应实验研究[J].*特种油气藏*,2012,19(1):95-97.
GUO Wei, XIONG Wei, GAO Shusheng. Experimental study on stress sensitivity effect of shale gas reservoir [J]. *Special Oil & Gas Reservoirs*, 2012, 19(1) : 95-97.
- [35] 张焯,潘林华,周彤,等.龙马溪页岩应力敏感性实验评价[J].*科学技术与工程*,2015,15(8):37-41.
ZHANG Ye, PAN Linhua, ZHOU Tong, et al. Experimental study of stress sensitivity of shales in Longmaxi Formation [J]. *Science Technology and Engineering*, 2015, 15(8) : 37-41.
- [36] 游利军,王巧智,康毅力,等.压裂液浸润对页岩储层应力敏感性的影响[J].*油气地质与采收率*,2014,21(6):102-106.
YOU Lijun, WANG Qiaozhi, KANG Yili, et al. Influence of fracturing fluid immersion on stress sensitivity of shale reservoir [J]. *Petroleum Geology and Recovery Efficiency*, 2014, 21 (6) : 102-106.
- [37] 张骞,岳晓晶.覆压作用下页岩的孔渗性实验及其应力敏感性研究[J].*地质通报*,2021,40(9):1 514-1 521.
ZHANG Qian, YUE Xiaojing. Experimental study on porosity and permeability and stress sensitivity of shale under pressurization [J]. *Geological Bulletin of China*, 2021, 40(9) : 1 514-1 521.
- [38] 包友书.渤海湾盆地东营凹陷古近系页岩油主要赋存空间探索[J].*石油实验地质*,2018,40(4):479-484.
BAO Youshu. Effective reservoir spaces of Paleogene shale oil in the Dongying Depression, Bohai Bay Basin [J]. *Petroleum Geology & Experiment*, 2018, 40(4) : 479-484.
- [39] 刘雅利,刘鹏.陆相富有机质泥页岩中夹层特征及其作用——以济阳拗陷为例[J].*油气地质与采收率*,2019,26(5):1-9.
LIU Yali, LIU Peng. Interlayer characteristics and their effect on continental facies organic-rich shale: a case study of Jiyang Depression [J]. *Petroleum Geology and Recovery Efficiency*, 2019, 26(5) : 1-9.
- [40] 方正伟,张守鹏,刘惠民,等.济阳拗陷沙四段上亚段—沙三段

- 下亚段泥页岩层理结构特征及储集性控制因素[J]. 油气地质与采收率, 2019, 26(1): 101-108.
- FANG Zhengwei, ZHANG Shoupeng, LIU Huimin, et al. Bedding structure characteristics and the storage controlling factors of mud-shale in Upper Es₄ to Lower Es₃ Members in Jiyang Depression [J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2019, 26(1): 101-108.
- [41] 薛清太, 周静, 张泉, 等. 泥页岩油水饱和度精确测试方法: ZL 201310105272.3 [P]. 2014-10-01.
- XUE Qingtai, ZHOU Jing, ZHANG Quan, et al. Accurate test method for oil and water saturation of shale: ZL 201310105272.3 [P]. 2014-10-01.
- [42] 白斌, 胡素云, 陶士振, 等. 定量评价陆相湖盆地低孔隙度致密油储层含油量的方法: ZL 201911146054.8 [P]. 2020-04-14.
- BAI Bing, HU Suyun, TAO Shizhen, et al. Quantitative evaluation of oil content in low porosity tight oil reservoirs in continental lacustrine basins: ZL 201911146054.8 [P]. 2020-04-14.
- [43] 姚东华, 许承武, 孙先达, 等. 一种页岩油含油饱和度井场快速评价方法: ZL 202010434444.1 [P]. 2020-08-07.
- YAO Donghua, XU Chengwu, SUN Xianda, et al. A rapid evaluation method of oil saturation in shale oil well site: ZL 202010434444.1 [P]. 2020-08-07.
- [44] KLEINBERG R L, FAROOQUI S A, HORSFIELD M A. T_1/T_2 ratio and frequency dependence of NMR relaxation in porous sedimentary rocks [J]. Journal of Colloid and Interface Science, 1993, 158(1): 195-198.
- [45] 石玉江, 蔡文渊, 刘国强, 等. 页岩油储层孔隙流体的全直径岩心二维核磁共振谱特征及评价方法[J]. 中国石油勘探, 2023, 28(3): 132-144.
- SHI Yujiang, CAI Wenyuan, LIU Guoqiang, et al. Full diameter core 2D NMR characteristics of pore fluid in shale oil reservoir and evaluation method [J]. China Petroleum Exploration, 2023, 28(3): 132-144.
- [46] 王伟, 赵延伟, 毛锐, 等. 页岩油储层核磁有效孔隙度起算时间的确定: 以吉木萨尔凹陷二叠系芦草沟组页岩油储层为例[J]. 石油与天然气地质, 2019, 40(3): 550-557.
- WANG Wei, ZHAO Yanwei, MAO Rui, et al. Determination of the starting time for measurement of NMR effective porosity in shale oil reservoir: a case study of the Permian Lucaogou shale oil reservoir, Jimusaer sag [J]. Oil & Gas Geology, 2019, 40(3): 550-557.
- [47] HONARPOUR M M, NAGARAJAN N R, ORANGI A, et al. Characterization of critical fluid, rock, and rock-fluid properties-impact on reservoir performance of liquid-rich shales [C]. SPE-158042-MS, 2012.
- [48] MOKHTARI M, ALQAHTANI A A, TUTUNCU A N, et al. Stress-dependent permeability anisotropy and wettability of shale resources [C]. Denver, Colorado: SPE/AAPG/SEG Unconventional Resources Technology Conference, 2013.
- [49] HABIBI A, DEHGHANPOUR H, BINAZADEH M, et al. Advances in understanding wettability of tight oil formations: a montney case study [J]. SPE Reservoir Evaluation & Engineering, 2016, 19(4): 583-603.
- [50] 曾隽, 易明华, 聂军, 等. 渝东南地区页岩润湿性的定量表征研究[J]. 非常规油气, 2021, 8(1): 90-94.
- ZENG Jun, YI Minghua, NIE Jun, et al. Research of quantitative characterization based on shale wet-ability in southeast Chongqing area [J]. Unconventional Oil & Gas, 2021, 8(1): 90-94.
- [51] AMOTT E. Observations relating to the wettability of porous rock [J]. Transactions, 1959, 216(1): 156-162.
- [52] ANDERSON W. Wettability literature survey-Part 2: wettability measurement [J]. Journal of Petroleum Technology, 1986, 38(11): 1 246-1 262.
- [53] TREIBER L E, OWENS W W. A laboratory evaluation of the wettability of fifty oil-producing reservoirs [J]. Society of Petroleum Engineers Journal, 1972, 12(6): 531-540.
- [54] CUJEE L E. Determination of the wettability of a sample of reservoir rock [J]. Revue de l'Institut Francais du Petrole, 1978, 33(5): 705-728.
- [55] HAMID S, SYED M, ESWARAN P. Evaluation of the wettability variation of shales by drop shape analysis approach [C]. Brisbane: SPE/AAPG/SEG Asia Pacific Unconventional Resources Technology Conference, 2019.
- [56] BROWN R J S, FATT I. Measurements of fractional wettability of oil fields' rocks by the nuclear magnetic relaxation method [J]. Petroleum Transaction, American Institute of Mining and Metallurgical Engineers, 1956, 207: 262-264.
- [57] LOOYESTIJN W, HOFMAN J. Wettability index determination by nuclear magnetic resonance [J]. SPE Reservoir Evaluation and Engineering, 2006, 9(2): 146-153.
- [58] RYLANDER E, SINGER P M, JIANG Tianmin, et al. NMR T_2 distributions in the Eagle Ford Shale: reflections on pore size [C]. SPE 164554-MS, 2013.
- [59] AUSTAD T, STANDNES D C. Spontaneous imbibition of water into oil-wet carbonates [J]. Journal of Petroleum Science and Engineering, 2003, 39(3/4): 363-376.
- [60] MINH C C, CRARY S, SINGER P M, et al. Determination of wettability from magnetic resonance relaxation and diffusion measurements on fresh-state cores [C]. Long Beach, California: SPWLA 56th Annual Logging Symposium, Society of Petrophysicists & Well Log Analysts, 2015.
- [61] 肖文联, 杨玉斌, 黄鑫, 等. 基于核磁共振技术的页岩油润湿性及其对原油动用特征的影响[J]. 油气地质与采收率, 2023, 30(1): 113-121.
- XIAO Wenlian, YANG Yubin, HUANG Chu, et al. Rock wettability and its influence on crude oil producing characteristics based on NMR technology [J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2023, 30(1): 113-121.
- [62] 高英, 朱维耀, 岳明, 等. 体积压裂页岩油储层渗流规律及产能模型[J]. 东北石油大学学报, 2015, 39(1): 80-86.
- GAO Ying, ZHU Weiyao, YUE Ming, et al. Seepage law and productivity model of stimulated reservoir volume in shale oil reservoirs [J]. Journal of Northeast Petroleum University, 2015, 39(1): 80-86.
- [63] BENNION D B, BACHU S. Permeability and relative permeability measurements at reservoir conditions for CO₂-water systems in ultralow-permeability confining caprocks [C]. SPE

- 106995-MS, 2007.
- [64] DACY J M. Core tests for relative permeability of unconventional gas reservoirs [C]. SPE 135427-MS, 2010.
- [65] YASSIN M R, DEHGHANPOUR H, WOOD J, et al. A theory for relative permeability of unconventional rocks with dual-wettability pore network [J]. SPEJ, 2016, 21(6): 1 970-1 980.
- [66] KLAVER J, HEMES S, HOUBEN M, et al. The connectivity of pore space in mudstones: insights from high-pressure Wood's metal injection, BIB-SEM imaging, and mercury intrusion porosimetry [J]. Geofluids, 2015, 15(4): 577-591.
- [67] OSOBA J S, RICHARDSON J G, KERVER J K, et al. Laboratory measurements of relative permeability [J]. Journal of Petroleum Technology, 1951, 3(2): 47-56.
- [68] 张海勇, 栾国华, 焦春艳, 等. 一种计算超低渗透层相对渗透率的新方法[J]. 科学技术与工程, 2014, 14(13): 31-34.
ZHANG Haiyong, LUAN Guohua, JIAO Chunyan, et al. A new method for the calculation of two-phase relative permeability in ultra-low permeability reservoir [J]. Science Technology and Engineering, 2014, 14(13): 31-34.
- [69] 胡伟, 杨胜来, 翟羽佳, 等. 油水相对渗透率曲线优化校正新方法[J]. 石油学报, 2015, 36(7): 871-875.
HU Wei, YANG Shenglai, ZHAI Yujia, et al. A new optimization and correction method of oil-water phase relative permeability curve [J]. Acta Petrolei Sinica, 2015, 36(7): 871-875.
- [70] 苏玉亮, 程安琪, 詹世远, 等. 校正致密岩心中末端效应及相渗计算误差的计算方法[J]. 科学技术与工程, 2018, 18(36): 180-185.
SU Yuliang, CHENG Anqi, ZHAN Shiyuan, et al. The calculating method for correcting end effect and relative permeability calculation error in tight core [J]. Science Technology and Engineering, 2018, 18(36): 180-185.
- [71] 魏峰, 宫汝祥, 马俊杰, 等. 稳定因子法校正特低渗岩心相对渗透率曲线端面效应[J]. 中国海上油气, 2022, 34(6): 117-123.
WEI Feng, GONG Ruxiang, MA Junjie, et al. Correction of relative permeability curve capillary end effect in ultra-low permeability core by stability factor method [J]. China Offshore Oil and Gas, 2022, 34(6): 117-123.
- [72] VALVATNE P H, BLUNT M J. Predictive pore-scale modeling of two phase flow in mixed wet media [J]. Water Resources Research, 2004, 40(7): 002627.
- [73] 王静怡, 周志军, 魏华彬, 等. 基于页岩孔隙网络模型的油水两相流动模拟[J]. 岩性油气藏, 2021, 33(5): 148-154.
WANG Jingyi, ZHOU Zhijun, WEI Huabin, et al. Simulation of oil-water two-phase flow based on shale pore network model [J]. Lithologic Reservoirs, 2021, 33(5): 148-154.
- [74] 崔建, 沈贵红, 商琳, 等. 低渗透储层油水相对渗透率最优目标函数处理方法[J]. 特种油气藏, 2022, 29(1): 85-90.
CUI Jian, SHEN Guihong, SHANG Lin, et al. Optimal objective function processing method for oil-water relative permeability of low-permeability reservoirs [J]. Special Oil & Gas Reservoirs, 2022, 29(1): 85-90.
- [75] WANG Han, SU Yuliang, WANG Wendong, et al. Relative permeability model of oil-water flow in nanoporous media considering multi-mechanisms [J]. Journal of Petroleum Science and Engineering, 2019, 183: 106361.
- [76] LI Ran, CHEN Zhangxin, WU Keliu, et al. A fractal model for gas-water relative permeability curve in shale rocks [J]. Journal of Natural Gas Science and Engineering, 2020, 81: 103417.
- [77] SU Yuliang, XU Jilong, WANG Wendong, et al. Relative permeability estimation of oil-water two-phase flow in shale reservoir [J]. Petroleum Science, 2022, 19(3): 1 153-1 164.
- [78] ZHAN Shiyuan, SU Yuliang, JIN Zhehui, et al. Study of liquid-liquid two-phase flow in hydrophilic nanochannels by molecular simulations and theoretical modeling [J]. Chemical Engineering Journal, 2020, 395: 125053.
- [79] 王森. 页岩油微尺度流动机理研究[D]. 青岛: 中国石油大学(华东), 2016.
WANG Sen. Microscale flow mechanisms of oil in shale [D]. Qingdao: China University of Petroleum, 2016.
- [80] 张世明. 东营凹陷页岩油赋存特征分子动力学模拟[J]. 油气地质与采收率, 2021, 28(5): 74-80.
ZHANG Shiming. Molecular dynamics simulation of shale oil occurrence in Dongying Depression [J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2021, 28(5): 74-80.
- [81] BENZI R, SUCCI S, VERGASSOLA M. The lattice Boltzmann equation: theory and applications [J]. Physics Reports, 1992, 222(3): 145-197.
- [82] ZHAO Wen, JIA Chengzao, ZHANG Tao, et al. Effects of nanopore geometry on confined water flow: a view of lattice Boltzmann simulation [J]. Chemical Engineering Science, 2021, 230: 116183.
- [83] 吴润桐, 杨胜来, 谢建勇, 等. 致密油气储层基质岩心静态渗吸实验及机理[J]. 油气地质与采收率, 2017, 24(3): 98-104.
WU Runtong, YANG Shenglai, XIE Jianyong, et al. Experiment and mechanism of spontaneous imbibition of matrix core in tight oil-gas reservoirs [J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2017, 24(3): 98-104.
- [84] 江响, 许国庆, 石阳, 等. 致密岩心带压渗吸规律实验研究[J]. 石油实验地质, 2021, 43(1): 144-153.
JIANG Yun, XU Guoqing, SHI Yang, et al. Forced imbibition in tight sandstone cores [J]. Petroleum Geology & Experiment, 2021, 43(1): 144-153.
- [85] 黄睿哲, 姜振学, 高之业, 等. 页岩储层组构特征对自发渗吸的影响[J]. 油气地质与采收率, 2017, 24(1): 111-115.
HUANG Ruizhe, JIANG Zhenxue, GAO Zhiye, et al. Effect of composition and structural characteristics on spontaneous imbibition of shale reservoir [J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2017, 24(1): 111-115.
- [86] 杨发荣, 左罗, 胡志明, 等. 页岩储层渗吸特性的实验研究[J]. 科学技术与工程, 2016, 16(25): 63-66, 74.
YANG Farong, ZUO Luo, HU Zhiming, et al. Researching the water imbibition characteristic of shale by experiment [J]. Science Technology and Engineering, 2016, 16(25): 63-66, 74.
- [87] 申颖浩, 葛洪魁, 宿帅, 等. 页岩气储层的渗吸动力学特性与水锁解除潜力[J]. 中国科学: 物理学, 力学, 天文学, 2017, 47(11): 84-94.
SHEN Yinghao, GE Hongkui, SU Shuai, et al. Imbibition characteristic of shale gas formation and water-block removal capa-

- bility [J]. *Scientia Sinica: Physica, Mechanica & Astronomica*, 2017, 47(11): 84-94.
- [88] 张金凤, 梁成钢, 陈依伟, 等. 表面活性剂对页岩油储层高温高压渗吸驱油效果的影响因素[J]. *大庆石油地质与开发*, 2023, 42(3): 167-174.
- ZHANG Jinfeng, LIANG Chenggang, CHEN Yiwei, et al. Influence factors of surfactant on high-temperature and high-pressure imbibition displacement effect of shale oil reservoir [J]. *Petroleum Geology & Oilfield Development in Daqing*, 2023, 42(3): 167-174.
- [89] 曾星航, 祁尚义, 许国庆, 等. 带压渗吸核磁共振实验研究——以江汉盆地潜江凹陷潜江组泥质白云岩为例[J]. *油气地质与采收率*, 2023, 30(1): 122-128.
- ZENG Xinghang, QI Shangyi, XU Guoqing, et al. Experimental study on forced imbibition by NMR: a case of argillaceous dolomite of Qianjiang Formation in Jianghan Basin [J]. *Petroleum Geology and Recovery Efficiency*, 2023, 30(1): 122-128.
- [90] 肖文联, 张骏强, 杜洋, 等. 页岩带压渗吸核磁共振响应特征实验研究[J]. *西南石油大学学报: 自然科学版*, 2019, 41(6): 13-18.
- XIAO Wenlian, ZHANG Junqiang, DU Yang, et al. An experimental study on NMR response characteristics of imbibition subjected to pressure in shale [J]. *Journal of Southwest Petroleum University: Science & Technology Edition*, 2019, 41(6): 13-18.
- [91] 王彪, 李太伟, 虞建业, 等. 页岩储层表面活性剂渗吸驱油机理及影响因素分析[J]. *油气地质与采收率*, 2023, 30(6): 92-103.
- WANG Biao, LI Taiwei, YU Jianye, et al. Analysis of imbibition mechanism and influencing factors of surfactant displacement in shale oil reservoirs [J]. *Petroleum Geology and Recovery Efficiency*, 2023, 30(6): 92-103.
- [92] 杨建, 杨斌, 王良, 等. 川中大安寨段页岩油储层基质孔隙液渗吸驱油侵入深度研究[J]. *油气地质与采收率*, 2023, 30(5): 84-91.
- YANG Jian, YANG Bin, WANG Liang, et al. Invasion depths of fracturing fluid imbibition displacement in matrix pores of Da'an Zhai shale oil reservoirs in central Sichuan Basin [J]. *Petroleum Geology and Recovery Efficiency*, 2023, 30(5): 84-91.
- [93] 齐松超, 于海洋, 杨海烽, 等. 致密砂岩逆向渗吸作用距离实验研究[J]. *力学学报*, 2021, 53(9): 2 603-2 611.
- QI Songchao, YU Haiyang, YANG Haifeng, et al. Experimental research on quantification of countercurrent imbibition distance for tight sandstone [J]. *Chinese Journal of Theoretical and Applied Mechanics*, 2021, 53(9): 2 603-2 611.
- [94] 周风军, 陈文明. 低渗透岩心渗吸实验研究[J]. *复杂油气藏*, 2009, 2(1): 54-56.
- ZHOU Fengjun, CHEN Wenming. Study on spontaneous imbibition experiment of low permeability core [J]. *Complex Hydrocarbon Reservoirs*, 2009, 2(1): 54-56.
- [95] AKBARABADI M, SARAJI S, PITI M, et al. Nanoscale experimental investigation of in-situ wettability and spontaneous imbibition in ultra-tight reservoir rocks [J]. *Advances in Water Resources*, 2017, 107: 160-179.
- [96] 李世奎, 刘卫东, 张海琴, 等. 低渗透油藏自发渗吸驱油实验研究[J]. *石油学报*, 2007, 28(2): 109-112.
- LI Shikui, LIU Weidong, ZHANG Haiqin, et al. Experimental study of spontaneous imbibition in low-permeability reservoir [J]. *Acta Petrolei Sinica*, 2007, 28(2): 109-112.
- [97] MA S, MORROW N R, ZHANG X, et al. Characterization of wettability from spontaneous imbibitions measurements [J]. *Journal of Canadian Petroleum Technology*, 1999, 38(13): 1-8.
- [98] 金智荣, 张华丽, 陈佳豪, 等. 低渗储层动态渗吸采油效果实验研究[J]. *非常规油气*, 2022, 9(5): 93-102.
- JIN Zhirong, ZHANG Huali, CHEN Jiahao, et al. Experimental study on oil displacement effect by dynamic and static imbibition in low permeability reservoirs [J]. *Unconventional Oil & Gas*, 2022, 9(5): 93-102.
- [99] 张娟, 邓波, 张浩弋, 等. 致密砂岩动静渗吸增油机理实验研究[J]. *科学技术与工程*, 2022, 22(24): 10 526-10 533.
- ZHANG Juan, DENG Bo, ZHANG Haoyi, et al. Experimental study on static and dynamic imbibition and oil-increasing mechanism of tight sandstone [J]. *Science Technology and Engineering*, 2022, 22(24): 10 526-10 533.
- [100] 王家禄, 刘玉章, 陈茂谦, 等. 低渗透油藏裂缝动态渗吸机理实验研究[J]. *石油勘探与开发*, 2009, 36(1): 86-90.
- WANG Jialu, LIU Yuzhang, CHEN Maoqian, et al. Experimental study on dynamic imbibition mechanism of low permeability reservoirs [J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2009, 36(1): 86-90.
- [101] 余海棠, 何亚斌, 刘艳梅, 等. 超低渗透油藏高温高压动态吞吐渗吸驱油实验[J]. *大庆石油地质与开发*, 2022, 41(5): 80-86.
- YU Haitang, HE Yabin, LIU Yanmei, et al. Experiment of high-temperature and high-pressure dynamic huff-n-puff imbibition displacement in ultra-low permeability reservoir [J]. *Petroleum Geology & Oilfield Development in Daqing*, 2022, 41(5): 80-86.
- [102] 黎明, 廖晶, 王肃, 等. 鄂尔多斯盆地超低渗透油藏渗吸特征及其影响因素——以渭北油田三叠系延长组三段储层为例[J]. *石油实验地质*, 2022, 44(6): 971-980.
- LI Ming, LIAO Jing, WANG Su, et al. Imbibition characteristics and influencing factors of reservoirs with ultra-low permeability of Ordos Basin: a case study of third member of Triassic Yanchang Formation in Weibei Oil Field [J]. *Petroleum Geology & Experiment*, 2022, 44(6): 971-980.
- [103] 张衍君, 徐树参, 刘娅菲, 等. 吉木萨尔页岩油压裂开发压后闷井时间优化[J]. *新疆石油天然气*, 2023, 19(1): 1-7.
- ZHANG Yanjun, XU Shucan, LIU Yafei, et al. Optimization of well shut-in time after fracturing in Jimusar shale oil reservoirs [J]. *Xinjiang Oil & Gas*, 2023, 19(1): 1-7.