

全氟醚橡胶密封材料的密封性能研究

梁 翥 刘小艳 张继华 王 昊 吴福迪

(航天材料及工艺研究所, 北京 100076)

文 摘 全氟醚橡胶具有优异的耐高低温、耐特殊介质等性能,全氟醚橡胶密封材料在径向密封中应用时,使用7804号润滑脂作为润滑剂。本文研究了全氟醚橡胶密封材料在径向密封中的密封性能。结果表明,全氟醚橡胶密封材料具有较低的气体漏率,润滑剂涂抹在全氟醚橡胶密封材料表面一段时间后,产生的小颗粒粉末在橡胶表面形成微通道,导致使用氦质谱检漏法测试的气体漏率增加,使用液体氟醚生胶作为润滑剂能降低气体漏率;涂抹7804号润滑脂后,全氟醚橡胶密封材料在氧化剂及燃烧剂介质环境中的气体漏率远低于氦气环境下的气体漏率,说明在介质环境中可使用7804号润滑脂作为全氟醚橡胶密封材料的润滑剂。

关键词 全氟醚橡胶,润滑剂,气体漏率,介质环境

中图分类号:TQ336.8

DOI:10.12044/j.issn.1007-2330.2025.01.011

Research on Sealing Performance of the Perfluoroether Rubber Sealing Material

LIANG Zi LIU Xiaoyan ZHANG Jihua WANG Hao WU Fudi

(Aerospace Research Institute of Material & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract The perfluoroether rubber had excellent properties of resistance of high and low temperature as well as special medium. The 7804 grease was used as lubricant of perfluoroether rubber sealing material when applied in radial sealing. In this paper, the sealing performance of perfluoroether rubber sealing material in radial sealing was studied. The results show that perfluoroether rubber seal has low gas leakage rate. After 7804 grease coated on perfluoroether rubber sealing material for a period of time, some small particles from grease is generated, which can form micro-channel on the surface of rubber, results an increase on the leakage rate when tested by helium mass spectrometer leak detector. The use of liquid fluoroether raw rubber as lubricant can reduce the leakage rate effectively. The gas leakage rate of perfluoroether rubber sealing material coated with 7804 grease in oxidant and combustion agent medium is much lower than that in helium environment, which means that 7804 grease can be used as the lubricant of perfluoroether rubber sealing material in special medium environment.

Key words Perfluoroether rubber, Grease, Gas leakage rate, Medium environment

0 引言

近年来,为满足航天型号耐高温、耐强氧化剂及燃烧剂介质、长期服役等密封需求,国内开展了高性能全氟醚橡胶的研制及工程化应用^[1-4]。邢华艳等^[1]研制了FFKM-G802国产全氟醚橡胶并进行了硫化特性、物理性能、老化性能测试及与进口全氟醚橡胶的对比。杨家义等^[3]使用7075及7090全氟醚橡胶研制了用于旋转接头的橡胶O形圈,能够满足280℃高温环境下长期使用。近年来,航天材料及工艺研究所已开展了全氟醚类橡胶密封材料的相关研究,形

成了能够批量稳定制备的全氟醚橡胶及全氟聚醚橡胶。相比于其他橡胶,全氟醚橡胶主要应用场景为各类特殊介质,具有优异的耐高低温、耐介质、耐热氧化等性能,以全氟醚橡胶作为原材料生产的密封制品广泛用于高温环境、推进剂介质、稳定贮存需求的密封部位。

气体漏率是评价密封制品密封性能的重要指标,国内关于气体漏率检测方法的研究较多。龙伟等^[5]发现密封结构的泄漏过程与两道密封之间的容积 V_c 、容积 V_c 内的压力等密切相关,进而提出了一种

收稿日期:2024-05-22

基金项目:国家自然科学基金(No. 21991124)

第一作者简介:梁翥,1990年出生,博士,主要从事橡胶材料的密封技术研究工作。E-mail:1275784482@qq.com

基于指数函数拟合的稳定漏率判定方法。韩琰等^[6]利用电路等效气路的方法以及气路相关理论约束,建立氦质谱压力真空检漏法检漏的气路模型。孙伟等^[7]利用多种气体分析仪,经过对同工况下气体间漏率比对,研究气体间漏率等效关系。ZHANG等^[8]通过理论分析了橡胶O形密封圈泄漏率的影响因素,通过气体漏率检测并根据橡胶的收缩方向比较了径向与轴向安装密封件泄漏率的差异。

对于径向密封,为降低安装过程中活塞或活塞杆等密封副与橡胶O形圈发生摩擦导致橡胶O形圈发生扭转或破坏,安装前必须在其表面涂抹润滑脂等润滑剂。国内外多家单位对不同润滑剂与橡胶材料的相容性进行了研究,聂佳等^[9]研究了HVI400、HVI-WH200及PAO166等多种牌号润滑油对丁腈橡胶O形圈的物理特性的影响,进而分析了密封性能的变化。HVI400、HVI-WH200等含有饱和烃的润滑油通过影响O形圈使密封性能增强,主要成分为合成油聚 α 烯烃的PAO166润滑油与O形圈作用后降低了密封性能。吴福丽等^[10]对不同改进剂、清净剂及抗氧化剂成分的润滑油与氟橡胶、丙烯酸酯橡胶、硅橡胶及丁腈橡胶等四种材料的相容性的影响进行了分析。TORBACKE M等^[11]对不同极性的润滑油与氟橡胶、氢化丁腈橡胶接触后橡胶的力学性能变化规律进行研究,润滑油被橡胶吸收后可以使橡胶软化,降低了拉伸强度而拉伸率显著增加。

尽管国内关于橡胶制品的气体漏率检测及润滑剂的相容性已有较多的研究,但由于全氟醚类橡胶的介质应用场景较为特殊,导致国内关于全氟醚橡胶密封制品的密封性能的研究报道很少,尤其是全氟醚橡胶制品的气体漏率测试、耐介质润滑脂的选用等方面国内未见相关报道。因此,本文以航天材料及工艺研究所自研的全氟醚橡胶O形密封圈作为研究对象,分析在径向密封中全氟醚橡胶密封材料的密封性能及受润滑剂的影响。

1 全氟醚橡胶O形圈的气体漏率及润滑脂的影响

由于全氟醚橡胶的应用环境多为推进剂等特殊介质环境,因此需选取同样耐特殊介质环境的润滑剂。目前全氟醚橡胶O形圈常用的润滑剂牌号为7804,主要由全氟聚醚油(PFPE)及稠化剂聚全氟乙丙烯粉(FEP)组成^[12-13],具有良好的耐特殊介质性能。

使用中科科仪股份有限公司执照的ZQJ-542氦质谱检漏仪,对涂抹7804号润滑脂后的全氟醚橡胶O形圈气体漏率进行氦质谱检漏法检测,室温下不同时间的密封性能试验结果结果如表1所示。

从表1可以看出,在测试压力为0.2和0.4 MPa下,气体漏率均随测试时间的增加近似呈线性增加。

压力较低时,气体漏率随测试时间的增长速度较快,而压力较高时,气体漏率随测试时间的增长速率较慢,0.2 MPa压差下的氦气气体漏率为 110^{-6} Pa \cdot m³/s量级,0.4 MPa压差下的氦气气体漏率为 10^{-5} Pa \cdot m³/s量级,具有相对较高的气体漏率。试验结束后移除压力,气体漏率与40 min时的试验结果基本相同。

表1 室温下不同测试时间的密封试验结果

Tab. 1 The results of sealing test with different times at RT

测试时间 /min	不同测试压力下的气体漏率/[10^{-6} Pa \cdot (m ³ \cdot s ⁻¹)]		
	0.2 MPa	0.4 MPa	0 MPa
5	0.032	11	50
10	0.330	14	52
15	1.100	17	51
20	2.500	21	47
25	4.300	25	38
30	6.900	29	30
40	9.000	45	27

选取同一批次的全氟醚橡胶生产多件橡胶O形圈,分别测试充压10 min后的气体漏率,测试结果如表2所示。

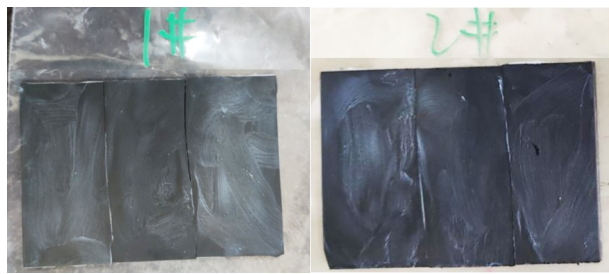
表2 不同全氟醚橡胶O形圈的密封试验结果

Tab. 2 The results of sealing test with different perfluoroether rubber O-rings

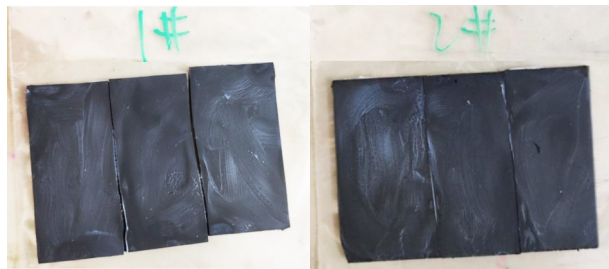
试样 编号	不同测试压力的气体漏率/[10^{-6} Pa \cdot (m ³ \cdot s ⁻¹)]	
	0.2 MPa	0.4 MPa
1 [#]	0.69	3.2
2 [#]	0.12	1.7
3 [#]	0.71	6.6
4 [#]	0.18	2.6
5 [#]	1.30	9.1
6 [#]	2.90	8.2

由表2可以看出,不同全氟醚橡胶O形圈在相同压力下的气体漏率相近。根据表1及表2可知,充压0.2 MPa下全氟醚橡胶O形圈的气体漏率为 1×10^{-7} ~ 1×10^{-6} Pa \cdot m³/s,充压0.4 MPa下全氟醚橡胶O形圈的气体漏率为 1×10^{-6} ~ 1×10^{-5} Pa \cdot m³/s。

气体漏率测试结束后分解密封结构发现氟醚橡胶O形圈表面有少量白点,分析认为是7804号润滑脂中的小颗粒粉末^[13]。为验证该分析,首先制备全氟醚橡胶及全氟聚醚试片并在表面均匀涂抹7804号润滑脂,放置40 min后观察其表面形貌变化,如图1及图2所示。



(a) 刚涂抹润滑脂时

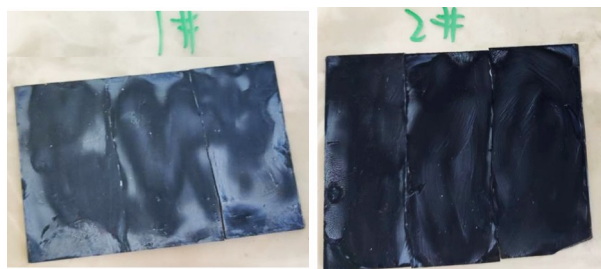


(b) 涂抹润滑脂 40 min 后

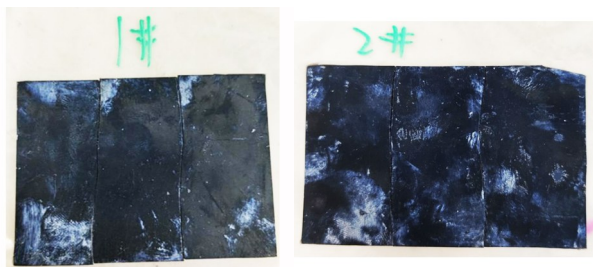
图1 全氟醚橡胶试片涂抹润滑脂的宏观形貌
Fig. 1 The morphology of perfluoroether rubber specimens after coated with grease



(a) 刚涂抹润滑脂时



(b) 涂抹润滑脂 40 min 后



(c) 涂抹润滑脂 40 min 后试片背面

图2 全氟聚醚橡胶试片涂抹润滑脂的宏观形貌
Fig. 2 The morphology of perfluoropolyether rubber specimens after coated with grease

由图1及图2可以看出,全氟醚橡胶及全氟聚醚橡胶试片涂抹润滑脂并静置 40 min 后,其表面形貌有较大变化,润滑脂不再均匀分散在试片表面而是主要集中于试片四周,将橡胶试片翻面观察发现橡胶试片的背面已存在一定量的油脂。分析认为,7804号润滑脂中的全氟聚醚油成分易被全氟醚橡胶吸收,吸收后润滑脂中残余的聚全氟乙丙烯粉末物质出现在橡胶O形圈表面形成微通道,导致密封面产生间隙,由于氮分子的分子量小,因此易从间隙通道中泄漏导致气体漏率较高。继续对橡胶试片进行微观形貌观察验证分析结果的准确性,结果如图3、图4所示。

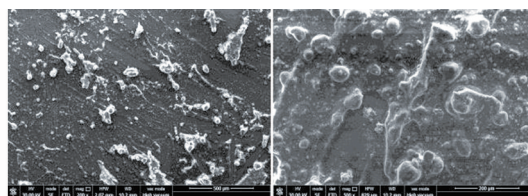


图3 全氟醚橡胶试片涂抹润滑脂后的微观形貌
Fig. 3 The microscopic morphology of perfluoroether rubber specimens after coated with grease

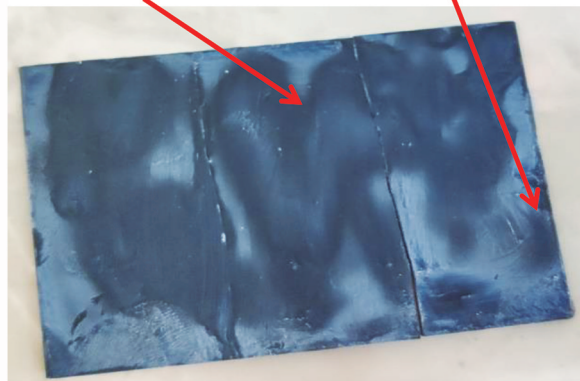
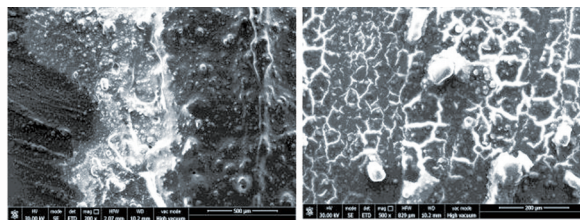


图4 全氟聚醚橡胶试片涂抹润滑脂后的微观形貌
Fig. 4 The microscopic morphology of perfluoropolyether rubber specimens after coated with grease

从SEM图片可以看出,在全氟醚橡胶试片及全氟聚醚橡胶试片表面涂抹润滑脂后,试片表面的白色部分均为大量的颗粒状物质,与前述分析结果一致。对初始试片及涂抹润滑脂40 min后的试片进行力学性能比对,结果如表3所示。

表3 试片涂抹润滑脂前后的硬度

Tab. 3 The hardness of specimens before and after coated with grease

密封件类型	密封件编号	涂抹润滑脂前后的硬度 (Shore A)	
		初始	涂抹40 min后
全氟醚橡胶试片	1#	64	61
	2#	67	63
	3#	65	61
全氟聚醚橡胶试片	1#	68	66
	2#	68	66
	3#	68	66

可以看出,涂抹润滑脂后,全氟醚橡胶试片及全氟聚醚橡胶试片的硬度均有一定程度的降低,说明润滑脂与橡胶O形圈接触已对橡胶材料本征性能产生一定影响。使用不吸收7804号润滑脂的乙丙橡胶,生产相同尺寸的橡胶O形圈,表面同样涂抹7804号润滑脂后使用相同方式安装在密封结构中进行气体漏率检测,结果如表4所示。

表4 乙丙橡胶O形圈的气体漏率

Tab. 4 Gas leakage rate of O-ring of ethylene propylene rubber

工装编号	不同压力下的气体漏率/[10 ⁻⁸ Pa·(m ³ ·s ⁻¹)]		
	未充氮气,未充压	0.2 MPa	0.4 MPa
1#	8.90	88.00	90.00
2#	0.54	0.40	0.61
3#	5.50	5.80	5.80

由表3可以看出,相同尺寸的乙丙橡胶O形圈以相同润滑剂及安装方式安装在相同的密封结构中,三次试验的气体漏率均小于1×10⁻⁶ Pa·m³/s量级,明显低于全氟醚橡胶O形圈的气体漏率,说明润滑脂产生的小颗粒所形成的微泄露通道能够对气体漏率产生一定的影响。

根据上述结果分析认为,需对润滑脂材料进行优化。首先将润滑剂更换为凡士林,涂抹在全氟醚橡胶O形圈表面后进行气体漏率测试,结果如表5所示。

可以看出,更换凡士林润滑剂后,气体漏率有明显降低,在不同压力下的气体漏率均为1×10⁻⁷ Pa·m³/s量级,明显优于7804号作为润滑剂的橡胶O形圈漏率,说

明变更润滑剂确实对气体漏率的降低起到一定的作用。但凡士林润滑剂无法应用于全氟醚橡胶O形圈常用的氧化剂及燃烧剂环境,只能适用于无介质环境,因此筛选一种耐氧化剂及燃烧剂介质性能良好、兼具一定流动性及黏度的液体氟醚生胶作为润滑剂,均匀涂抹在橡胶O形圈表面后进行气体漏率测试,结果如表6所示。

表5 涂抹凡士林后全氟醚橡胶O形圈的气体漏率

Tab. 5 Gas leakage rate of O-ring of perfluoroether rubber after coated with Vaseline

工装编号	不同压力下的气体漏率/[10 ⁻⁷ Pa·(m ³ ·s ⁻¹)]		
	未充氮气,未充压	0.2 MPa	0.4 MPa
1#	0.49	3.5	8.5
2#	0.33	1.3	4.2

表6 更换润滑剂后全氟醚橡胶O形圈的气体漏率

Tab. 6 Gas leakage rate of perfluoroether rubber O-ring with different lubricant

橡胶O形圈材料	不同压力下的气体漏率/[10 ⁻⁸ Pa·(m ³ ·s ⁻¹)]		
	未充氮气,未充压	0.2 MPa	0.4 MPa
全氟醚橡胶	0.015	2.7	33
全氟聚醚橡胶	1.100	11.0	120

可以看出,更换适用于介质环境的液体氟醚生胶后,不同压力下的气体漏率低于涂抹7804号润滑脂的全氟醚橡胶O形圈,说明液体氟醚生胶可作为全氟醚橡胶O形圈表面润滑的备选材料。

2 介质环境中全氟醚橡胶O形圈的气体漏率

全氟醚橡胶既可用于氧化剂四氧化二氮介质中,也可用于燃烧剂偏二甲肼介质中,全氟聚醚橡胶通常用于偏二甲肼介质中。四氧化二氮气体分子及偏二甲肼气体分子的运动速率与常规氮气分子有较大区别,因此继续对氟醚橡胶O形圈在介质环境中的气体漏率进行测试,分析氧化剂及燃烧剂介质环境对气体漏率的影响。为便于对比,同样选用7804号润滑脂作为橡胶O形圈安装时的润滑剂。首先使用所有试验工装对橡胶O形圈的常规气体漏率分别进行检测,选取气体漏率最高及最低的两套工装,编号为1#(最高)及2#(最低),进行介质气体漏率测试。

向两套全氟醚橡胶O形圈检测工装中注入四氧化二氮(NTO)介质,两套全氟聚醚橡胶O形圈检测工装中注入偏二甲肼(UDMH)介质,自然放置,每隔一段时间后在室温/0.2 MPa环境下测试瞬时漏率,采用吸枪法直接在法兰间隙处每隔90°取点,共取4个点进行测试并取其平均值作为瞬时气体漏率,具体测试间隔为2、4、6、8、24、30、48、72、96 h,结果如表7所示。

测试结果显示,四套工装的吸枪法检测结果均为0,这是由于吸枪法检测结果介质气体的瞬时漏量,其

表7 吸枪法测试橡胶O形圈的气体漏率
Tab. 7 Gas leakage rate of rubber O-ring tested by suction gun

浸泡时长/h	介质漏率/ 10^{-6}			
	1 [#] -NTO	2 [#] -NTO	1 [#] -UDMH	2 [#] -UDMH
0	0	0	0	0
2	0	0	0	0
4	0	0	0	0
6	0	0	0	0
8	0	0	0	0
24	0	0	0	0
30	0	0	0	0
48	0	0	0	0
72	0	0	0	0
96	0	0	0	0

最小可检测值为 0.1×10^{-6} ,而试验工装的瞬时介质漏量低于最小检测线,无法读取瞬时漏量,因此显示为0。结果表明,96 h内氟醚橡胶O形圈在氧化剂及燃烧剂介质中的瞬时气体漏率均小于 1×10^{-7} 。

为准确检测氟醚橡胶O形圈在介质中的气体漏率,使用收集漏率法进行测试,具体方法为:向检测工装内施加指定压力,每隔一段时间后放入尺寸为 $500 \text{ mm} \times 500 \text{ mm} \times 500 \text{ mm}$ 的亚克力密封箱中,收集泄漏出的介质气体,通过外接的KC-40A便携式四氧化二氮气体检测仪及KC-20A便携式偏二甲胍气体检测仪分别获取密封箱中的四氧化二氮及偏二甲胍介质浓度,根据介质浓度、箱体体积及放置时间计算全氟醚橡胶O形圈在介质中的气体漏率,每次测试完毕后除净箱内的介质气体,测试系统如图5所示。

使用该检测方法分别测试浸泡不同天数后的气体漏率,在密封箱内的放置时间为24~72 h,使用记

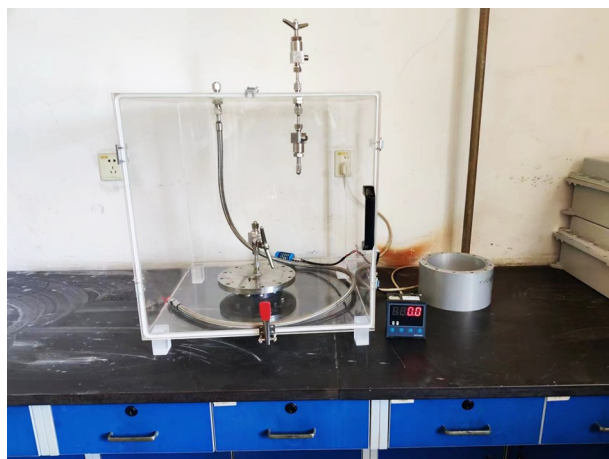


图5 介质环境中橡胶O形圈气体漏率的检测装置

Fig. 5 The detecting device of O-ring of gas leakage rate of rubber in the medium environment

录的介质浓度除以体积及时间计算得到气体漏率,结果如表8所示。

表8 橡胶O形圈在介质环境中的气体漏率
Tab. 8 Gas leakage rate of O-ring of rubber in the medium environment

浸泡时长/d	介质气体漏率/ $[10^{-8} \text{ Pa} \cdot (\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1})]$			
	1 [#] -NTO	2 [#] -NTO	1 [#] -UDMH	2 [#] -UDMH
0	4.55	2.90	0	0
7	6.30	4.36	0	0
14	8.70	5.80	0	0
21	7.30	5.80	0	0
90	33.40	29.00	0	0
120(放置24 h)	17.40	14.50	0	0
120(放置48 h)	19.00	13.00	0	0
120(放置72 h)	20.00	15.40	0	0
150(放置24 h)	19.00	17.40	0	0
150(放置48 h)	17.40	17.40	0	0
150(放置72 h)	18.00	16.40	0	0
180(放置24 h)	20.00	10.00	0	0
180(放置48 h)	18.00	13.00	0	0
180(放置72 h)	15.00	13.50	0	0

从表7中可以看出,测试介质为四氧化二氮时,气体漏率随时间增加而略有提高,浸泡180 d后,气体漏率为 $2 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$,明显低于表1所示的氦气气体漏率且气体漏率并不随密封箱中的放置时间而发生明显变化,说明介质气体是持续向外泄露的。测试介质为偏二甲胍时,两套试验工装在浸泡180 d内均无介质气体泄露。结果表明,全氟醚橡胶O形圈在推进剂介质中的气体漏率远低于氦气气体漏率。分析认为,尽管7804号润滑脂长期接触全氟醚橡胶O形圈后形成微泄露通道,但由于四氧化二氮及偏二甲胍分子量相比于氦分子更大,更难通过小颗粒粉末通道,因此气体漏率远低于氦气气体漏率。

3 结论

(1) 7804号润滑脂涂抹至全氟醚橡胶表面一段时间后,内部的油脂成分被吸收,产生的小颗粒粉末在橡胶表面产生微通道,导致氦质谱检漏法检测得到的气体漏率增加,但由于四氧化二氮及偏二甲胍介质分子量较大,不易通过形成的微通道,气体漏率相比于氦气环境下的气体漏率有明显降低,因此在介质环境中仍可正常使用7804号润滑脂作为全氟醚橡胶密封材料的润滑剂。

(2) 对于全氟醚橡胶密封材料,可选用分子量更大、与介质相容性良好、兼具一定流动性及黏度的液

体氟醚生胶作为润滑剂,能够有效降低气体漏率。

参考文献

[1] 邢华艳,刘波,郭澎湃,等. 国产全氟醚橡胶的开发与应用[J]. 有机氟工业, 2013(1): 20-23.

XING H Y, LIU B, GUO P P, et al. Development and application of domestic perfluoroether rubber [J]. Organo-Fluorine Industry, 2013(1): 20-23.

[2] 张亨. 全氟醚橡胶的性能、生产和应用[J]. 有机氟工业, 2013(3): 38-40.

ZHANG H. Performance, production and application of perfluoroether rubber[J]. Organo-Fluorine Industry, 2013(3): 38-40.

[3] 杨家义,孔建,李振环,等. 全氟醚橡胶O型圈在旋转接头上的应用研究[J]. 流体机械, 2011, 39(6): 10-12.

YANG J Y, KONG J, LI Z H, et al. Study and application of perfluoroelastomers O-ring for rotary joint [J]. Fluid Machinery, 2011, 39(6): 10-12.

[4] 高燕,向宇. 全氟醚橡胶及其制品在密封行业的应用[J]. 汽车零部件, 2015(6): 59-63.

GAO Y, XIANG Y. Application of FFKM and its products in the sealing industry[J]. Automobile Parts, 2015(6): 59-63.

[5] 龙伟,赵肆方,杨才华,等. 一种双密封结构稳定漏率判定方法[J]. 真空与低温, 2022, 28(6): 705-712.

LONG W, ZHAO S F, YANG C F, et al. A method for determining steady leakage rate of double sealed structure [J]. Vacuum and Cryogenics, 2022, 28(6): 705-712.

[6] 韩琰,刘兴悦,闫荣鑫,等. 典型双密封结构泄漏机理研究[J]. 真空, 2015, 52(6): 27-33.

HAN D, LIU X Y, YAN R X, et al. Research on leakage mechanism of double sealed structure [J]. Vacuum, 2015, 52(6): 27-33.

[7] 孙伟,闫荣鑫,韩琰,等. 航天器密封管路的气态工质与示漏气体漏率等效关系研究[J]. 航天器环境工程, 2009,

26(6): 535-539.

SUN W, YAN R X, HAN D, et al. The leak equivalent relationship between gaseous medium and tracer gas in sealed pipes of spacecraft [J]. Spacecraft Environment Engineering, 2009, 26(6): 535-539.

[8] ZHANG B, YU M, YANG H. Leakage analysis and ground tests of the O-type rubber ring seal applied in lunar sample return devices [J]. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part G, Journal of Aerospace Engineering Philip, 2014, 229(3): 479-491.

[9] 聂佳,滕燕. 润滑剂与密封材料相容性对气缸性能影响研究[J]. 机械制造与自动化, 2018, 6(12): 51-54, 61.

NIE J, TENG Y. Study of effect of compatibility of lubricants and sealing materials on performance of cylinder [J]. Machine Building & Automation, 2018, 6(12): 51-54, 61.

[10] 吴福丽,杨传富,崔海涛,等. 润滑油橡胶相容性的研究[J]. 润滑与密封, 2011, 36(5): 92-96.

WU F L, YANG C F, CUI H T, et al. The study on elastomer compatibility of lubricants [J]. Lubrication Engineering, 2011, 36(5): 92-96.

[11] TORBACKE M, JOHANSSON A. Seal material and base fluid compatibility: An overview [J]. Journal of Synthetic Lubrication, 2005, 22(2): 123-142.

[12] 胡立荣,赵珊珊,吴志坚. 2种抗化学品密封脂的性能[J]. 化学推进剂与高分子材料, 2015, 13(3): 49-52.

HU L R, ZHAO S S, WU Z J. Performance of two kinds of chemicals resistant greases [J]. Chemical Propellants & Polymeric Materials, 2015, 13(3): 49-52.

[13] 罗强,王续,张金刚. 抗化学品介质润滑脂7804号在加注系统中的应用[J]. 导弹与航天运载技术, 2007(3): 58-61.

LUO Q, WANG X, ZHANG J G. Applications of chemical resistant grease 7804 in filling systems [J]. Missiles and Space Vehicles, 2007(3): 58-61.