

# Porównania państwowych wzorców temperatury w GUM i INTiBS PAN

## Comparison of the national temperature standards at GUM and INTiBS PAN

**A. Szmyrka-Grzebyk, A. Grykałowska, B. Kołodziej, A. Kowal, H. Manuskiewicz**

(Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN, Wrocław)

**E. Grudniewicz, M. Kozicki, A. Wełna** (Główny Urząd Miar, Warszawa)

Po raz pierwszy w Polsce przeprowadzono bilateralne porównania państwowych wzorców jednostki temperatury, znajdujących się w GUM i INTiBS PAN, w zakresie temperatur od 83,8058 K do 273,16 K, w których oba wzorce realizują Międzynarodową Skalę Temperatury z 1990 r. Na podstawie tych porównań wyznaczono stopień równoważności obu wzorców w pokrywającym się zakresie temperatur.

The first time in Poland a bilateral comparison of the national standards of temperature unit maintained at GUM and INTiBS PAN was conducted in the temperature range from 83.8058 K to 273.16 K, in which the two standards realize the International Temperature Scale of 1990. On the comparisons basis the degree of equivalence of the two standards in the overlapping range of temperatures were determined.

### Wprowadzenie

W Polsce utrzymywane są dwa wzorce jednostki miary temperatury rangi państwowej. W bardzo szerokim zakresie temperatur, od około 13 K do 962 °C, Międzynarodowa Skala Temperatury z 1990 r. (MST-90) definiuje kilkanaście punktów stałych, w których należy wzorcować interpolacyjne platynowe termometry rezystancyjne oraz podaje postać równań interpolacyjnych, służących do wyznaczenia wartości temperatury pomiędzy punktami wzorcowania [1, 2]. W zakresie niskich temperatur (13 K–273 K) stosuje się termometr platynowy o niewielkich wymiarach, typu kapsułkowego (CSPRT). Natomiast już od temperatury punktu potrójnego argonu (83,8058 K) używany jest termometr długi *long stem* (SPRT), znacznie różniący się konstrukcją od czujnika niskotemperaturowego. Oba typy termometrów mogą być wykorzystane do wyznaczania temperatury w pokrywającym się zakresie temperatur, po wykonaniu wzorcowania w punkcie potrójnym wody (273,16 K), rtęci (234,3156 K) i argonu (83,8058 K). Takie działanie wynika z przyjętej definicji skali MST-90 i jej praktycznej realizacji.

W Laboratorium Temperatury Zakładu Fizykochemii Głównego Urzędu Miar znajduje się wzorzec

temperatury dla zakresu od 83,8058 K (–189,3442 °C) do 961,78 °C, tj. od punktu potrójnego argonu do punktu krzepnięcia srebra [3, 4], a w Laboratorium Wzorca Temperatury w Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN wzorzec niskotemperaturowy dla zakresu od 13,8033 K do 273,16 K, tj. od punktu potrójnego wodoru do punktu potrójnego wody [5, 6].

W celu jednoznacznego określenia stopnia równoważności obu wzorców w pokrywającym się zakresie temperatur potrzebne jest przeprowadzenie porównań międzylaboratoryjnych.

Porównania dokładności realizacji punktu potrójnego wody i rtęci w GUM i INTiBS PAN przeprowadzono kilka lat temu [7]. Ostatnio pomiary te powtórzono, rozszerzając je o porównania punktu potrójnego argonu. Po wykonaniu w INTiBS PAN odpowiedniego kriostatu argonowego, w którym mogą być wzorcowane zarówno termometry typu CSPRT, jak i *long stem* SPRT, porównania obu wzorców w zakresie od punktu potrójnego argonu do punktu potrójnego wody stały się możliwe. Dzięki temu staje się też możliwa ocena dokładności realizacji MST-90, w szerokim zakresie niskich temperatur, w obu krajowych instytucjach metrologicznych.

## Wzorzec temperatury w GUM

Wzorzec temperatury utrzymywany w GUM szczegółowo został opisany w pracy [4]. Termometrem interpolacyjnym wzorcowanym w punktach stałych MST-90 jest platynowy termometr rezystancyjny SPRT typu *long stem* model 8163Q nr G01S4823, którego konstrukcję schematycznie pokazano na rys. 1.

Punkt potrójny wody realizowany jest na stanowisku firmy ISOTECH lub Fluke Hart Scientific, wyposażonym w komórkę wody nr 998Q o znanym składzie izotopowym. Komórka posiada powiązanie, przez komórkę transferową uczestniczącą w bilateralnych porównaniach EURAMET.T-K7.3 [8] wykonanych w VSL w Delft, z porównaniami kluczowymi (światowymi) CCT-K7 [9]. W porównaniach wyznaczono stopień równoważności  $D_{\text{GUM}}(\text{H}_2\text{O})$  z europejską wartością referencyjną  $T_{\text{ERV}}(\text{H}_2\text{O})$ , wyrażony zależnością różnicową:

$$D_{\text{GUM}}(\text{H}_2\text{O}) = T_{\text{GUM}}(\text{H}_2\text{O}) - T_{\text{ERV}}(\text{H}_2\text{O}) = 9,8 \mu\text{K} \pm 134 \mu\text{K}$$

gdzie  $T_{\text{GUM}}(\text{H}_2\text{O})$  jest wartością temperatury punktu potrójnego wody w komórce GUM. Został także wyznaczony stopień równoważności  $D_{\text{GUM-KCRV}}(\text{H}_2\text{O})$  wzorca GUM z wartością referencyjną  $T_{\text{KCRV}}(\text{H}_2\text{O})$  porównań kluczowych CCT-K7:

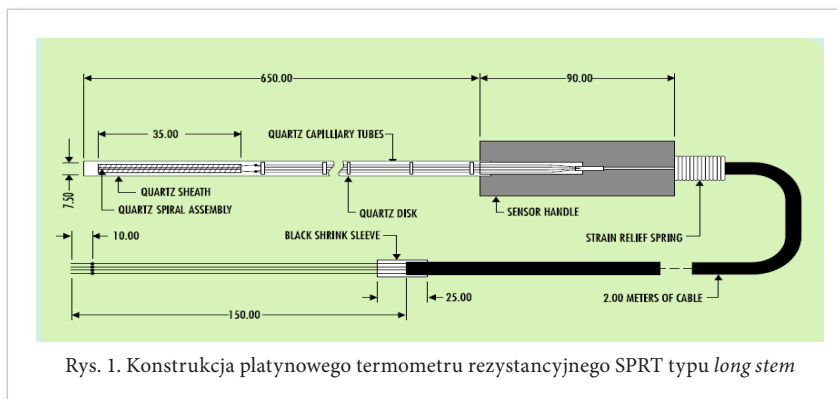
$$D_{\text{GUM-KCRV}}(\text{H}_2\text{O}) = T_{\text{GUM}}(\text{H}_2\text{O}) - T_{\text{KCRV}}(\text{H}_2\text{O}) = 74,5 \mu\text{K} \pm 140 \mu\text{K}$$

Stanowisko do realizacji punktu rtęci jest także produkcji ISOTECH. Stosowana w nim komórka rtęci ITL-M-17724 nr M27 uczestniczyła w wielostronnych porównaniach EUROMET.T-K3 (EUROMET Project 552) [10] z udziałem 24 europejskich instytutów metrologicznych. Uzyskano stopień równoważności wzorca GUM:

$$D_{\text{GUM}}(\text{Hg}) = T_{\text{GUM}}(\text{Hg}) - T_{\text{ERV}}(\text{Hg}) = -0,13 \text{ mK} \pm 0,74 \text{ mK}$$

Punkt potrójny argonu realizowany jest w kriostatcie wykonanym we francuskim instytucie metrologicznym BNM-INM/CNAM (od 2005 r. LNE-INM/CNAM) w latach 80. ubiegłego wieku. Istotnym elementem kriostatu jest studnia na termometr pla-

tynowy o średnicy 7 mm, zaprojektowana dla typowych termometrów typu *long stem*. Zdjęcie kriostatu argonowego przedstawiono na rys. 2. Tego typu kriostaty, w wielu przypadkach zmodernizowane, są najczęściej stosowane w europejskich instytutach metrologicznych. W porównaniach EUROMET.T-K3



Rys. 1. Konstrukcja platynowego termometru rezystancyjnego SPRT typu *long stem*

został wyznaczony także stopień równoważności dla stanowiska argonowego, którym dysponuje GUM:

$$D_{\text{GUM}}(\text{Ar}) = T_{\text{GUM}}(\text{Ar}) - T_{\text{ERV}}(\text{Ar}) = -0,74 \text{ mK} \pm 0,99 \text{ mK}$$

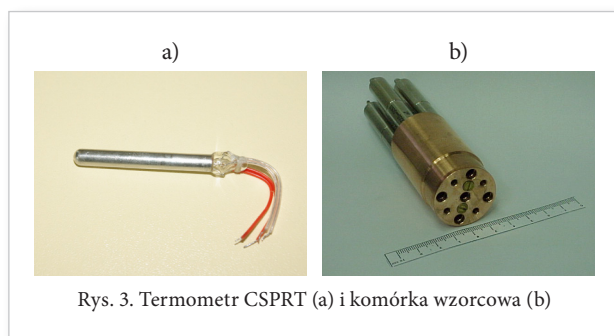
Obecnie GUM bierze też udział w porównaniach kluczowych EURAMET.T-K9, dzięki czemu możliwe będzie wyznaczenie aktualnego stopnia równoważności realizacji punktu potrójnego argonu w GUM w odniesieniu do innych europejskich i światowych wzorców.



Rys. 2. Kriostat do realizacji punktu potrójnego argonu w GUM

## Wzorzec temperatury w INTiBS PAN

Elementami niskotemperaturowego wzorca temperatury utrzymywanego w INTiBS PAN są termometry platynowe typu kapsułkowego CSPRT (rys. 3a) oraz zestaw komórek (rys. 3b) o niewielkich wymiarach, odpowiednich dla CSPRT, do realizacji kriogenicznych punktów stałych, punktu potrójnego wodoru (13,8033 K), neonu (24,5561 K), tlenu (54,3584 K) i argonu (83,8058 K) [6, 11].



Rys. 3. Termometr CSPRT (a) i komórka wzorcowa (b)

Parametry metrologiczne tych podstawowych elementów wzorca zostały zweryfikowane w porównaniach międzynarodowych. Termometr platynowy CSPRT uczestniczył w porównaniach kluczowych CCT-K2.4 przeprowadzonych w NRC w Kanadzie [12], a komórka punktów stałych (komórka wzorcowa) została opracowana w trakcie realizacji projektu w 5. Programie Ramowym nr G6RD-CT-1999-00114 o akronimie MULTICELLS, w którym brał udział INTiBS PAN [13].

Do uzyskiwania niskich temperatur stosowany jest kriostat adiabaticzny własnej konstrukcji (rys. 4). W kriostacie tym w punkcie potrójnym argonu realizowanym, w komórce o numerze E5\_Ar (komórka referencyjna w INTiBS PAN) wzorcowany był termometr CSPRT o numerze HS 247, biorący udział w omawianych porównaniach bilateralnych.

Do realizacji punktu potrójnego rtęci i wody stosowane są stanowiska firmy ISOTECH. Komórka rtęci nr 220 (komórka referencyjna w INTiBS PAN) brała udział w bilateralnych

porównaniach przeprowadzonych w PTB [14], a komórka wody nr 901 o znanym składzie izotopowym uczestniczyła w porównaniach kluczowych EURAMET.T-K7.2 [15]. Wyznaczono stopień równoważności wzorcowej komórki wody INTiBS PAN z referencyjną wartością europejską  $T_{ERV}(\text{H}_2\text{O})$ :

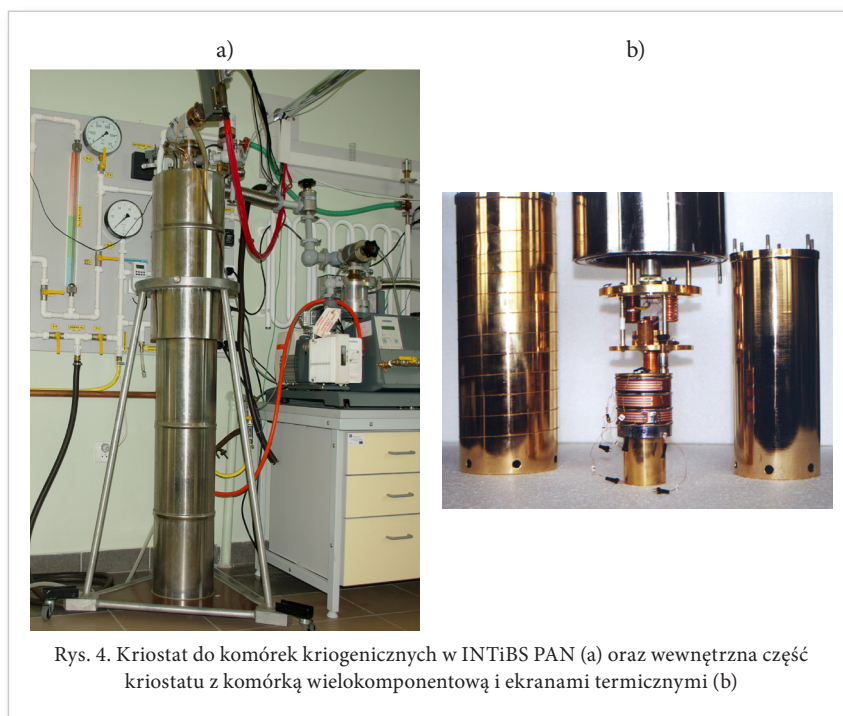
$$D_{INT}(\text{H}_2\text{O}) = T_{INT}(\text{H}_2\text{O}) - T_{ERV}(\text{H}_2\text{O}) = 1,2 \mu\text{K} \pm 111 \mu\text{K}$$

gdzie  $T_{INT}(\text{H}_2\text{O})$  jest wartością temperatury punktu potrójnego wody w komórce INTiBS PAN. Po uwzględnieniu różnicy między europejską wartością referencyjną  $T_{ERV}(\text{H}_2\text{O})$  i wartością  $T_{KCRV}(\text{H}_2\text{O})$ , wyznaczoną w porównaniach kluczowych CCT-7, oszacowano także stopień równoważności między komórką wody INTiBS PAN i wartością referencyjną KCRV, który wynosi:

$$D_{INT-KCRV}(\text{H}_2\text{O}) = T_{INT}(\text{H}_2\text{O}) - T_{KCRV}(\text{H}_2\text{O}) = 65,9 \mu\text{K} \pm 117,6 \mu\text{K}$$

## Procedura i wyniki porównania wzorców temperatury

Porównania wzorców temperatury GUM i INTiBS PAN zostały przeprowadzone w Instytucie we Wrocławiu według procedur opartych na odpowiednich protokołach międzynarodowych: EUROMET.T-K3, EURAMET.T-K7 oraz EURAMET.T-K9. W etapie początkowym obie insty-



Rys. 4. Kriostat do komórek kriogenicznych w INTiBS PAN (a) oraz wewnętrzna część kriostatu z komórką wielokomponentową i ekranami termicznymi (b)

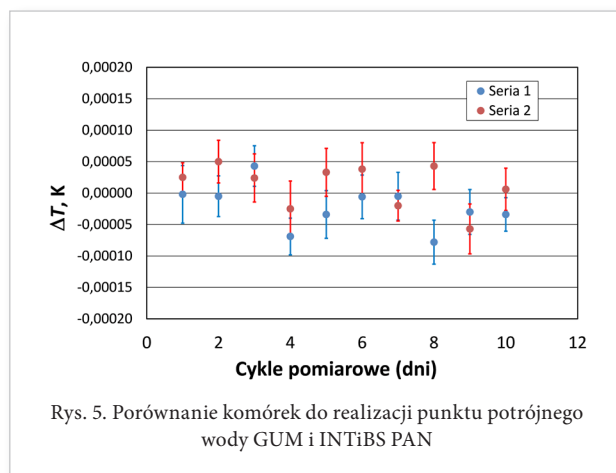


tucje wykonały wzorcowanie termometrów platynowych na własnych stanowiskach wzorcowych, w punkcie potrójnym wody, rtęci i argonu, zgodnie ze standardową metodą stosowaną w laboratorium. GUM zastosował termometr platynowy typu *long stem* o numerze YSI-G01S4823, a INTiBS PAN termometr typu kapsułkowego HS 247. Następnie GUM dostarczył do INTiBS PAN komórkę wody, rtęci i stanowisko do realizacji punktu potrójnego argonu wraz z wzorcowym termometrem platynowym typu *long stem* YSI-G01S4823.

Dla każdego pomiaru został opracowany budżet niepewności i oszacowana wartość niepewności.

### Porównania komórek wody

Przeprowadzono dwie serie pomiarowe, w których wyznaczano rezystancję wzorcowych termometrów platynowych GUM i INTiBS PAN we wzorcowej komórce wody GUM (nr 998Q) i INTiBS PAN (nr 901), wykonując po 10 cykli pomiarowych w każdej serii. Wyniki pomiarów wykonanych termometrem CSPRT HS 247 przedstawia rys. 5. Na wykresie zaznaczono oszacowane wartości niepewności rozszerzonej pomiaru.



Rys. 5. Porównanie komórek do realizacji punktu potrójnego wody GUM i INTiBS PAN

Na podstawie przeprowadzonych porównań wyznaczono wartość różnicy temperatur punktu potrójnego wody w obu komórkach, która wynosi:

$$\begin{aligned} \Delta T_{\text{GUM-INT}}(\text{H}_2\text{O}) &= T_{\text{GUM}}(\text{H}_2\text{O}) - T_{\text{INT}}(\text{H}_2\text{O}) \\ &= -10,7 \mu\text{K} \pm 104 \mu\text{K} \end{aligned}$$

gdzie  $T_{\text{GUM}}(\text{H}_2\text{O})$  jest średnią wartością temperatury punktu potrójnego wody w komórce referencyjnej GUM, a  $T_{\text{INT}}(\text{H}_2\text{O})$  w komórce INTiBS PAN.

### Porównania komórek rtęci

Porównania temperatury punktu potrójnego rtęci wykonane były dla trzech realizacji przejścia fazowego w komórkach wzorcowych obu instytucji (GUM nr M27 i INTiBS PAN nr 220) przy użyciu tych samych wzorcowych termometrów platynowych (YSI-G01S4823 i HS 247).

W celu uniknięcia błędu związanego z potencjalnym dryfem rezystancji termometru, różnicę temperatur szacowano poprzez różnicę funkcji referencyjnych  $W(T(\text{Hg}))$ , wyrażoną zależnością:

$$\Delta W_{\text{GUM-INT}}(T(\text{Hg})) = W_{\text{GUM}}(T(\text{Hg})) - W_{\text{INT}}(T(\text{Hg}))$$

gdzie:

$$W_{\text{GUM}}(T(\text{Hg})) = R_{\text{GUM}}(T(\text{Hg})) / R(T_{\text{GUM}}(\text{H}_2\text{O}))$$

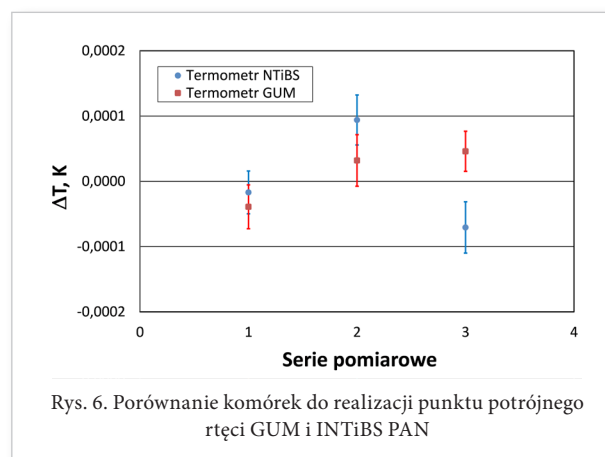
$$W_{\text{INT}}(T(\text{Hg})) = R_{\text{INT}}(T(\text{Hg})) / R(T_{\text{INT}}(\text{H}_2\text{O}))$$

przy czym  $R_{\text{GUM}}(T(\text{Hg}))$  jest wartością rezystancji termometru SPRT w punkcie potrójnym rtęci, realizowanym w komórce wzorcowej GUM nr M27.  $R(T_{\text{GUM}}(\text{H}_2\text{O}))$  jest rezystancją w punkcie potrójnym wody w referencyjnej komórce GUM (nr 998Q), natomiast  $R_{\text{INT}}(T(\text{Hg}))$  jest wartością rezystancji termometru CSPRT nr HS 247 w punkcie potrójnym rtęci, realizowanym w komórce wzorcowej INTiBS PAN nr 220, a  $R_{\text{INT}}(T(\text{H}_2\text{O}))$  jest rezystancją tego termometru w referencyjnej komórce wody INTiBS PAN nr 901.

Wyznaczono wartość średnią (z trzech serii pomiarowych) różnicy temperatur punktu potrójnego rtęci we wzorcowej komórce GUM nr M27 i komórce INTiBS PAN nr 220 wynoszącą:

$$\Delta T_{\text{GUM-INT}}(\text{Hg}) = 1,2 \mu\text{K} \pm 158 \mu\text{K}$$

Na rys. 6 przedstawiono uzyskane wyniki.



Rys. 6. Porównanie komórek do realizacji punktu potrójnego rtęci GUM i INTiBS PAN

## Porównania komórek argonu

Z uwagi na różnice konstrukcyjne termometrów CSPRT i *long stem* SPRT nie można było dokonać bezpośrednich porównań dokładności realizacji punktu potrójnego argonu w stanowiskach wzorcowych obu instytucji. Porównania te przeprowadzono metodą pośrednią, wykonując wzorcowanie termometru CSPRT stanowiącego element wzorca w INTiBS PAN w miniaturowej komórce E5-Ar (komórka referencyjna INTiBS PAN). Następnie wyznaczono jego rezystancję w zbudowanym w instytucie kriostacie wyposażonym w dużą komórkę argonu (komórka transferowa INTiBS PAN), stosując odpowiednią wstawkę (rys. 7). Konstrukcja kriostatu i jego parametry metrologiczne zostały opisane w pracach [16, 17].

Podobnie jak w przypadku rtęci, różnicę temperatur w komórkach argonu szacowano poprzez różnicę funkcji referencyjnych. W ten sposób wyznaczona różnica temperatur  $\Delta T_{\text{INTtrans-ref}}(\text{Ar})$  punktu potrójnego argonu w komórce transferowej i w komórce referencyjnej E5-Ar wynosi:

$$\Delta T_{\text{INTtrans-ref}}(\text{Ar}) = 0,24 \text{ mK} \pm 0,3 \text{ mK}$$

Wyznaczono również wartość różnicy temperatur punktu potrójnego argonu w kriostacie GUM i komórce transferowej INTiBS PAN. Porównania wykonano dwukrotnie w odstępie kilkunastu miesięcy. Do porównań zastosowano termometr platy-

nowy YSI-G01S4823. Wartość rezystancji termometru przyjmowano jako średnią z pomiarów w trzech realizacjach przemiany fazowej. W pierwszej serii pomiarów otrzymano wartość:

$$\Delta T_{\text{GUM-INTtrans}}(\text{Ar})_1 = -0,75 \text{ mK} \pm 2,32 \text{ mK}$$

a w drugiej serii:

$$\Delta T_{\text{GUM-INTtrans}}(\text{Ar})_2 = -0,88 \text{ mK} \pm 2,40 \text{ mK}$$

Średnia wartość różnicy temperatury punktu potrójnego argonu realizowanego w kriostacie GUM i w komórce transferowej INTiBS PAN wynosi:

$$\Delta T_{\text{GUM-INTtrans}}(\text{Ar}) = -0,82 \text{ mK} \pm 1,67 \text{ mK}$$

stąd różnica temperatur punktów potrójnych realizowanych w kriostacie argonowym GUM i w komórce referencyjnej INTiBS PAN o numerze E5-Ar ma wartość:

$$\Delta T_{\text{GUM-INTref}}(\text{Ar}) = -0,58 \text{ mK} \pm 1,70 \text{ mK}$$

Duża wartość niepewności pomiarów związana jest z parametrami, które wynikają z konstrukcji kriostatu argonowego GUM.

## Podsumowanie

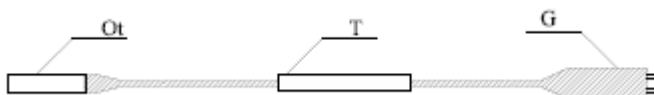
Po raz pierwszy wyznaczono stopień równoważności dwóch państwowych wzorców temperatury utrzymywanych w GUM i INTiBS PAN w zakresie



a)



b)



Rys. 7. Kriostat do realizacji punktu potrójnego argonu w INTiBS PAN, komórka z argonem (a), wstawkę dla CSPRT (b)

temperatur od 83.8058 K do 273,16 K, przez porównanie dokładności realizacji punktów stałych skali, punktu potrójnego wody, rtęci i argonu. Porównania krajowe przeprowadzono zgodnie z zasadami międzynarodowymi. Pozwoliło to na zachowanie jednolitego podejścia stosowanego wśród europejskich, a także światowych instytutów metrologicznych. Uzyskane wyniki w postaci stopni równoważności wzorców krajowych pozostają w dobrej zgodności z wartościami otrzymanymi w drodze porównań międzynarodowych. W konsekwencji pozwala to na stwierdzenie, że przekazywanie przez obie instytucje jednostki temperatury w kraju do wzorców o niższej randze jest spójne i wiarygodne, tym samym zgodne z oczekiwaniami klientów GUM i INTiBS PAN, głównie laboratoriów akredytowanych coraz częściej poszukujących wzorcowań o najwyższej jakości metrologicznej.

## Podziękowanie

Autorzy pracy dziękują dr. Leszkowi Lipińskiemu za dyskusje i liczne uwagi merytoryczne podczas wykonywania opisanych badań.

*Praca naukowa współfinansowana ze środków Narodowego Centrum Badań i Rozwoju w ramach projektu badawczego PBS1/A9/6/2012.*

## Literatura

- [1] Preston-Thomas H., *The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)*, Metrologia, 1990, vol. 27, 3.
- [2] BIPM Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990, 1990, Sèvres.
- [3] MP nr 35, 2003, poz. 492, Obwieszczenie Prezesa GUM z dnia 23 czerwca 2003 r. w sprawie jednostek miar spełniających warunki określone dla państwowych wzorców jednostek miar.
- [4] Grudniewicz E., *Państwowy wzorzec jednostki temperatury w Głównym Urzędzie Miar*, Biuletyn Informacyjny GUM, 2008, nr 11, 3.
- [5] GUM (2001), Zarządzenie nr 20 Prezesa Głównego Urzędu Miar z dnia 28 marca 2001 r. Dz. Urz. Głównego Urzędu Miar Nr 1, poz. 9.
- [6] Szmyrka-Grzebyk A., *Wzorzec temperatury w Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu*, Biuletyn Informacyjny GUM, 2008, nr 2, 13.
- [7] Szmyrka-Grzebyk A., Grudniewicz E., Manuszkiewicz E., Roszkowski E., Jancewicz D., Kowal A., *Bilateralne porównania komórek do realizacji punktu potrójnego wody i rtęci w GUM i INTiBS PAN*, Kongres Metrologii – Materiały Konferencyjne, Łódź, 2010, 228.
- [8] Peruzzi A., Grudniewicz E., Final report on EURAMET.T-K7.3: *Bilateral comparison of water triple point cells*, Metrologia, 2012, 49, Tech. Suppl., 03008.
- [9] Peruzzi A i in., Final Report on EUROMET.T-K7: Key comparison of water triple point cells, Metrologia, 2009, 46, Tech. Suppl. 03001.
- [10] Renaot E., Hermier Y., Valin M. H., Bonnier G., Adunka F., Van Der Linden A., Dobre M., Smíd M., Bronnum A., Weckstrom T., Tegeler E., Noatsch U., Anagnostou M., Turzo-Andras E., Nemeth S., White M., Marcarino P., Steur P., Pauzha A., Augevicius V., de Groot M., Nielsen J., Helgesen F., Roszkowski W., Grudniewicz E., Kuna R., Filipe E., Lobo I., Gaita S., Chimenti V., Ivarsson J., Duris S., Ranostaj J., Bojkovski J., Steiner A., Ugur S., Gray J., Bruce S., Rusby R. and Head D., Final Report on EUROMET.T-K3: *Regional key comparison of the realisations of the ITS-90 from 83.8058 K to 692.677 K*, Metrologia, 2007, 44, Tech. Suppl.03001.
- [11] Szmyrka-Grzebyk A., Kowal A., Grykałowska A., *Państwowy wzorzec jednostki miary temperatury dla zakresu niskich temperatur*, Kongres Metrologii - Materiały Konferencyjne, Łódź, 2010, 230.
- [12] Hill K. D., Szmyrka-Grzebyk A., Lipiński L., Hermier Y., Pitre L., Sparasci F., CCT-K2.4: NRC/INTiBS/LNE-Cnam trilateral comparison of capsule-type standard platinum resistance thermometers from 13.8 K to 273.16 K, Metrologia, 2012, 49, Tech. Suppl, 03005.
- [13] Pavese F., Fellmuth B., Head D., Hermier Y., Peruzzi A., Szmyrka-Grzebyk A., Zanin L., *"MULTICELLS" the European Project on Cryogenic Temperature Fixed Points in Sealed Cells*, Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, 2003, 7, 161.
- [14] Szmyrka-Grzebyk A., Project EURAMET no 916; Final Report.
- [15] Peruzzi A., Szmyrka-Grzebyk A., Final report on EURAMET.T-K7.2: *Bilateral comparison of water triple point cells*, Metrologia, 2012, 49, Tech. Suppl., 03006.
- [16] Kołodziej B., *Realizacja punktu potrójnego argonu jako definicyjnego punktu stałego skali temperatury*, Praca Doktorska, Politechnika Wrocławska, 2013.
- [17] Kołodziej B., Manuszkiewicz H., Szmyrka-Grzebyk A., Lipiński L., Steur P. P. M., Pavese F., *Argon triple-point device for SPRTs calibration*, Intern. Journ. of Thermophysics, 2015, 6, 229.