

## Modellexperimente zur gerichteten Erstarrung unter Magnetfeldeinfluss mit einem Zweiebenen-Ultraschall-Array-Messsystem

### Model experiments for magnetic field influenced directed solidification using a dual-plane ultrasound array velocimeter

R. Nauber<sup>1</sup>, L. Büttner<sup>1</sup>, M. Burger<sup>1</sup>, M. Neumann<sup>1</sup>, K. Niemiets<sup>2</sup>, O. Pätzold<sup>2</sup>, J. Czarske<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Technische Universität Dresden

Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik, Professur für Mess- und Prüftechnik  
Helmholtzstr. 18, 01069 Dresden

E-Mail: {Richard.Nauber, Lars.Buettner}@tu-dresden.de, Internet: <http://www.tu-dresden.de/et/pmp>

<sup>2</sup> TU Bergakademie Freiberg, Institut für Nichteisen-Metallurgie und Reinststoffe

Leipziger Straße 34, 09599 Freiberg/Sachsen

Ultraschall-Doppler-Technik, Flüssigmetallströmungen, elektromagn. Strömungskontrolle  
Ultrasound Doppler velocimetry, liquid metal flows, electromagnetic flow control

### Zusammenfassung

Die Beeinflussung von Metallschmelzen mittels Magnetfeldern ist in einer Vielzahl industrieller Prozesse, insbesondere in der Halbleiterindustrie, von großer Bedeutung. Beispielsweise ist die gerichtete Kristallisation eine etablierte Methode zur Herstellung großer multikristalliner Siliziumblöcke, bei der ein wanderndes Magnetfeld zur Optimierung der Schmelzströmung eingesetzt werden kann, um verbesserte strukturelle und elektrische Eigenschaften im Festkörper zu erzielen. Zum Verständnis der auftretenden Strömungsprozesse werden numerische Simulationen durchgeführt und anhand von Messungen an isothermalen Modellexperimenten mit einer eutektischen Gallium-Indium-Zinn-Legierung (GaInSn) validiert.

In diesem Beitrag wird ein Ultraschall-Messsystem vorgestellt, das die Untersuchung des Strömungsfelds in einem Gefäß mit quadratischer Grundfläche unter Einfluss eines magnetischen Wanderfeldes erlaubt. Durch den Einsatz von Ultraschall-Arrays wurde eine bildgebende Messung mit einer Bildwiderholrate von bis zu 30 Hz und eine räumliche Auflösung von 3 mm in GaInSn demonstriert.

Die Messungen erfolgten in einem viereckigen Behälter mit einer 100 x 100 mm<sup>2</sup> Grundfläche unter isothermalen Bedingungen simultan in zwei Messebenen. Die Schmelzhöhe wurde als bedeutsamer praktischer Parameter systematisch variiert, wobei sich die resultierende dreidimensionale Strömung, die durch ein magnetisches Wanderfeld angetrieben wurde, deutlich in ihrer Struktur von der typischen toroidalen Strömung, wie sie in Zylindergeometrien auftritt, unterscheidet. Bei niedrigen Schmelzhöhen (25 mm) ergibt sich beispielsweise eine horizontal rotierende Strömung, die von numerischen Simulationen vorhergesagt und nun detailliert experimentell beobachtet werden konnte.

## Einleitung

Die Beeinflussung der Strömung in Metallschmelzen ist in einer Vielzahl industrieller Prozesse, insbesondere in der Halbleiterindustrie und Stahlverarbeitung, von großer Bedeutung. Auf Grund der elektrischen Leitfähigkeit besteht die Möglichkeit mittels Magnetfeldern kontaktlos auf die Schmelzen einwirken zu können und dabei die resultierenden Materialeigenschaften zu bestimmen. Beispielhaft soll im Folgenden die gerichtete Kristallisation als eine in der Photovoltaikindustrie etablierte Züchtungsmethode zur Herstellung von großen multikristallinen Siliziumblöcken betrachtet werden. Die auftretende Schmelzkonvektion beeinflusst sowohl den Wärme- und Stofftransport als auch die Form der Phasengrenze [1,2]. Es wird angestrebt, durch den Einsatz eines wandernden Magnetfeldes (TMF: Travelling Magnetic Field) die Schmelzströmung gezielt zu optimieren, um Kristalle mit verbesserten strukturellen und elektrischen Eigenschaften zu züchten [3].

Hierzu müssen die strömungsmechanischen Wirkmechanismen in magnetfeldbeeinflussten Flüssigmetallen verstanden werden, was mittels numerischer Simulationen in Kombination mit messtechnischer Validierung versucht wird [4]. Da die auftretenden Strömungsstrukturen jedoch vergleichsweise komplex und zudem instationär sein können, werden an die Messtechnik hohe Anforderungen gestellt: Strömungsfelder müssen bildgebend, mehrkomponentig und mit hoher Zeit- und Ortsauflösung aufgenommen werden.

Eine direkte Strömungsmessung im flüssigen Silizium ist derzeit mit keinem etablierten Verfahren unter den genannten Anforderungen möglich, daher geht man zu isothermalen Modellexperimenten mit GaInSn als niedrigschmelzende Legierung über. Auf Grund der vernachlässigbaren Eindringtiefe für sichtbares Licht können optische Strömungsmessverfahren nicht eingesetzt werden. Hier hat sich stattdessen die Ultraschall-Doppler-Technik (UDV, Ultrasound Doppler Velocimetry) als geeignetes Verfahren erwiesen [5,6].

Dieser Beitrag stellt ein bildgebendes Ultraschall-Doppler-Messsystem vor, das sich von kommerziell verfügbaren Ultraschallsystemen durch den Einsatz mehrerer Wandlerarrays abhebt [4-6]. Dies ermöglicht eine quasisimultane Betrachtung des Messvolumens und vermeidet langwieriges Traversieren von Einzelwandlern, die nur Strömungsinformationen in einer einzelnen Linie liefern.

## Das Messsystem

Das Messsystem besteht aus vier Ultraschallwandlerarrays mit je 25 Einzelwandlern der Abmessungen von  $2,5 \times 5 \text{ mm}^2$  und der dazugehörigen elektronischen Ansteuerung und Signalverarbeitung. Es erlaubt die quasisimultane Vermessung zweier Ebenen, die ein Messfeld von jeweils  $67 \times 67 \text{ mm}^2$  umfassen, in welchem  $24 \times 24$  zweikomponentige Geschwindigkeitsvektoren bestimmt werden. Dabei sind jeweils zwei dieser Linienarrays orthogonal zueinander angeordnet, wie in Abb. 1a dargestellt.

Innerhalb eines Wandlerarrays werden jeweils zwei benachbarte Einzelelemente parallel angesteuert, so dass dieses Paar als Einzelwandler mit quadratischer Querschnittsfläche und einer geringen Schallfelddivergenz wirkt [7]. Die Wandler werden pulsformig mit einem 8 MHz-Signal bestehend aus acht Schwingungsperioden angesteuert, so dass sich in dem verwendeten Flüssigmetall InGaSn (Schmelztemperatur ca.  $10^\circ\text{C}$ , Schallgeschwindigkeit  $c = 2740 \text{ m/s}$ ) eine Ortsauflösung von ca. 1,4 mm in longitudinaler Richtung und ca. 3 mm in transversaler Richtung ergibt.

Dieses segmentierte Ansteuern der Einzelwandler erlaubt dann eine elektronische Traversierung in Schritten von 2,5 mm, was einer halben effektiven Wandlerbreite entspricht, siehe Abb. 1b.

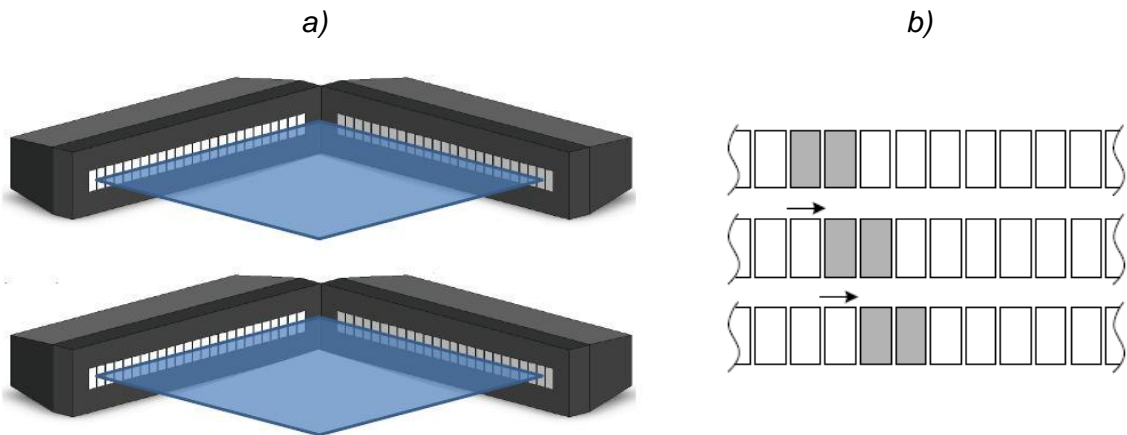


Abb. 1: a) Anordnung der Ultraschall-Arrays zur zweikomponentigen Vermessung der Fluidgeschwindigkeiten in zwei Ebenen. b) Elektronische Traversierung der aktiven Wandlerpaare in Halbschritten [9].

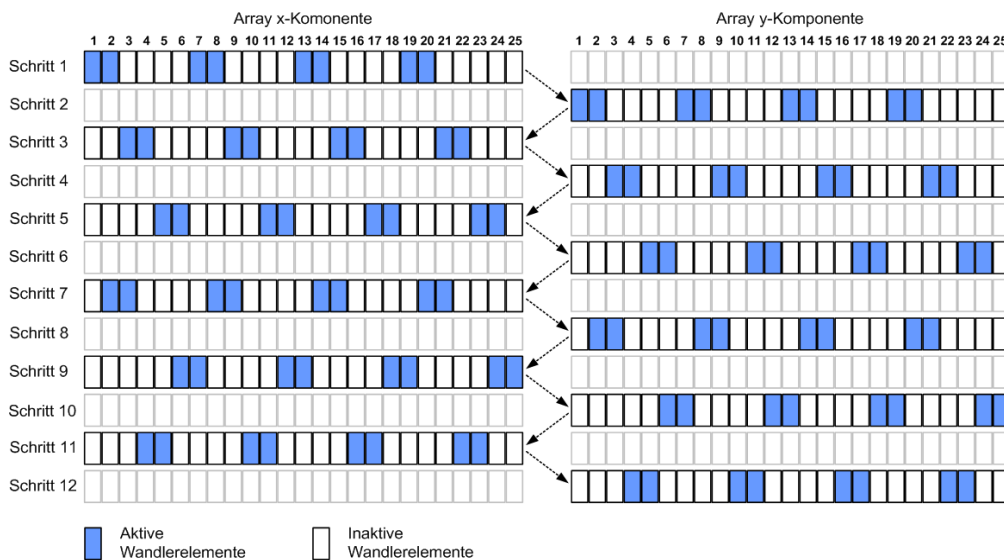


Abb. 2: Ansteuerschema für zweikomponentige Messungen in einer Ebene. Das Weiterschalten von Schritt zu Schritt erfolgt je nach Anordnung mit einer Rate von bis zu 18 kHz, die Wiederholung des gesamten Schemas mit maximal 1,5 kHz [9].

Für die geforderte hohe zeitliche Auflösung ist es notwendig, die Erfassung einer Ebene zu parallelisieren, d.h. mehrere Messlinien simultan aufzunehmen. Um ein Übersprechen der Echosignale zu vermeiden, muss dabei in GalnSn ein räumlicher Abstand von mindestens 4 inaktiven Wandlerelementen eingehalten werden [5]. In einem 25-elementigen Array können damit vier Wandlerpaare gleichzeitig betrieben werden, was mit einer Erhöhung der Zeitauflösung um diesen Faktor einhergeht. In Abb. 2 ist das daraus abgeleitete Ansteuerschema für zwei orthogonale Arrays dargestellt.

Das Kernstück der modularen Ansteuerelektronik, dargestellt in Abb. 3, sind vier Schaltmatrizen, die die von vier Pulsgeneratoren erzeugten Hochfrequenzpulse an die jeweils aktiven Wandlerpaare weiterleiten (Sendebetrieb) und unmittelbar danach die mit denselben Wandlern aufgezeichneten Ultraschallechos an das Datenerfassungssystem durchreichen (Empfangsbetrieb). Das Ansteuerschema (Abb. 2) ist dabei in einem Mikrokontroller hinterlegt, und kann mit einem PC parametrierbar werden. Die empfangenen Echosignale werden von vier vierkanaligen 14 Bit-A/D-Wandlerelementen digitalisiert und anschließend mittels einer in MATLAB implementierten Signalverarbeitung weiterverarbeitet. Die Bestimmung der Dopp-

lerfrequenz der Ultraschallechos beruht auf der Auswertung der Phasenverschiebung zwischen zwei aufeinanderfolgenden Pulsen in Abhängigkeit von der Signallaufzeit bzw. der Messtiefe. Für eine hinreichende genaue Bestimmung der Dopplerfrequenz auf einige Prozent Messunsicherheit werden üblicherweise 25 bis 100 Echosignale ausgewertet. Je nach Schallaufzeit im verwendeten Gefäß kann bei 30 ausgewerteten Echosignalen eine Messrate des gesamten Geschwindigkeitsfeldes (=Bildrate) von derzeit bis zu 30 Hz erreicht werden [8]. Der modulare Aufbau des Messsystems erlaubt zudem die individuelle Parametrierung der Ultraschall-Arrays und ermöglicht so Messungen in verschiedensten geometrischen Anordnungen, beispielsweise auch zur Erfassung dreikomponentiger Geschwindigkeitsfelder entlang zweier Linien.

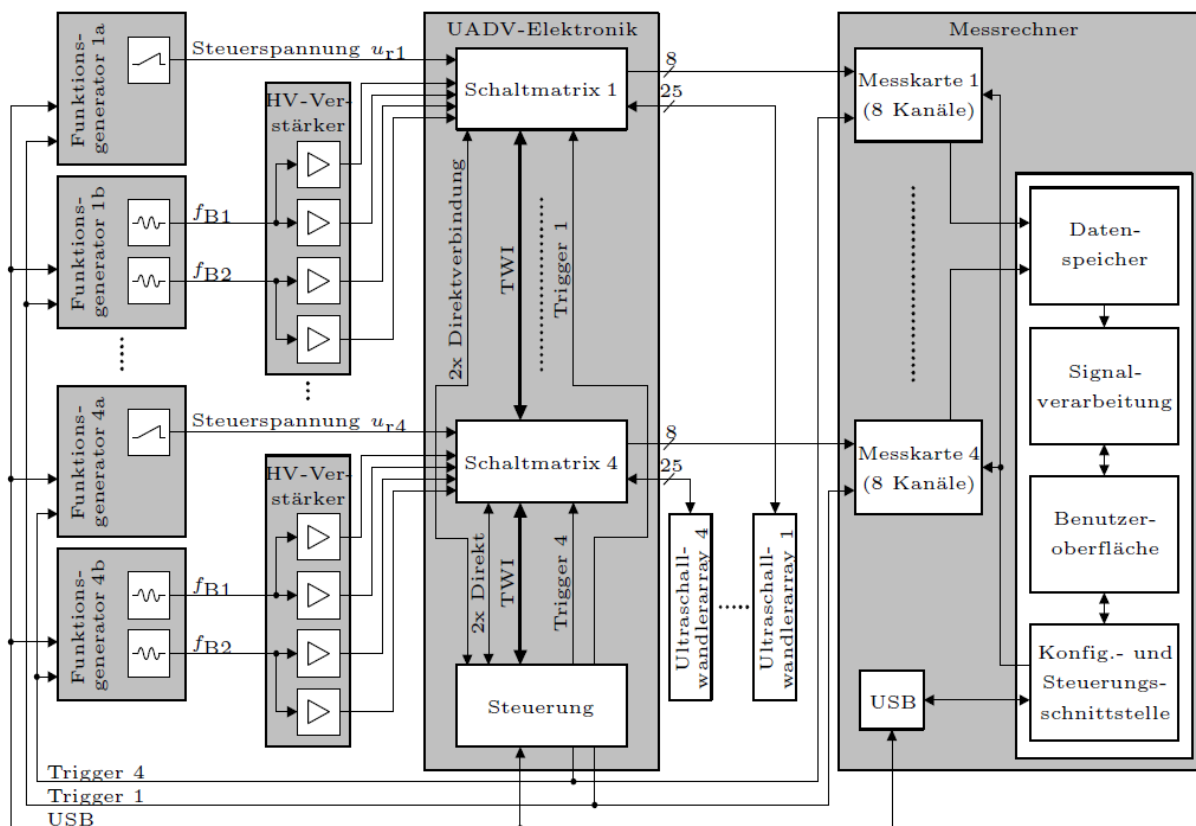


Abb. 3: Blockscha des Ultraschall-Array-Messsystems.

### Messungen an einem isothermalen Modellexperiment zur Kristallzüchtung

Es konnte gezeigt werden, dass sich das Messsystem für eine hochauflösende Untersuchung instationärer 3D-Strömungsvorgänge in einer nicht-zylindrischen Modellgeometrie eignet. Die Messungen erfolgten in GaInSn in zwei verschiedenen viereckigen Plexiglasbehältern mit einer Grundfläche von 100 x 100 mm<sup>2</sup> unter isothermalen Bedingungen simultan in zwei Messebenen. Die Behälter unterscheiden sich in der Höhe (60 und 150 mm) und in der Positioniermöglichkeit der UDV-Arrays. Bei dem niedrigeren Behälter können die Arrays in jeder beliebigen Höhe fixiert werden und bei dem hohen Behälter sind feste Messpositionen bei 18 und 60 mm vorgesehen (vgl. Abb.4).

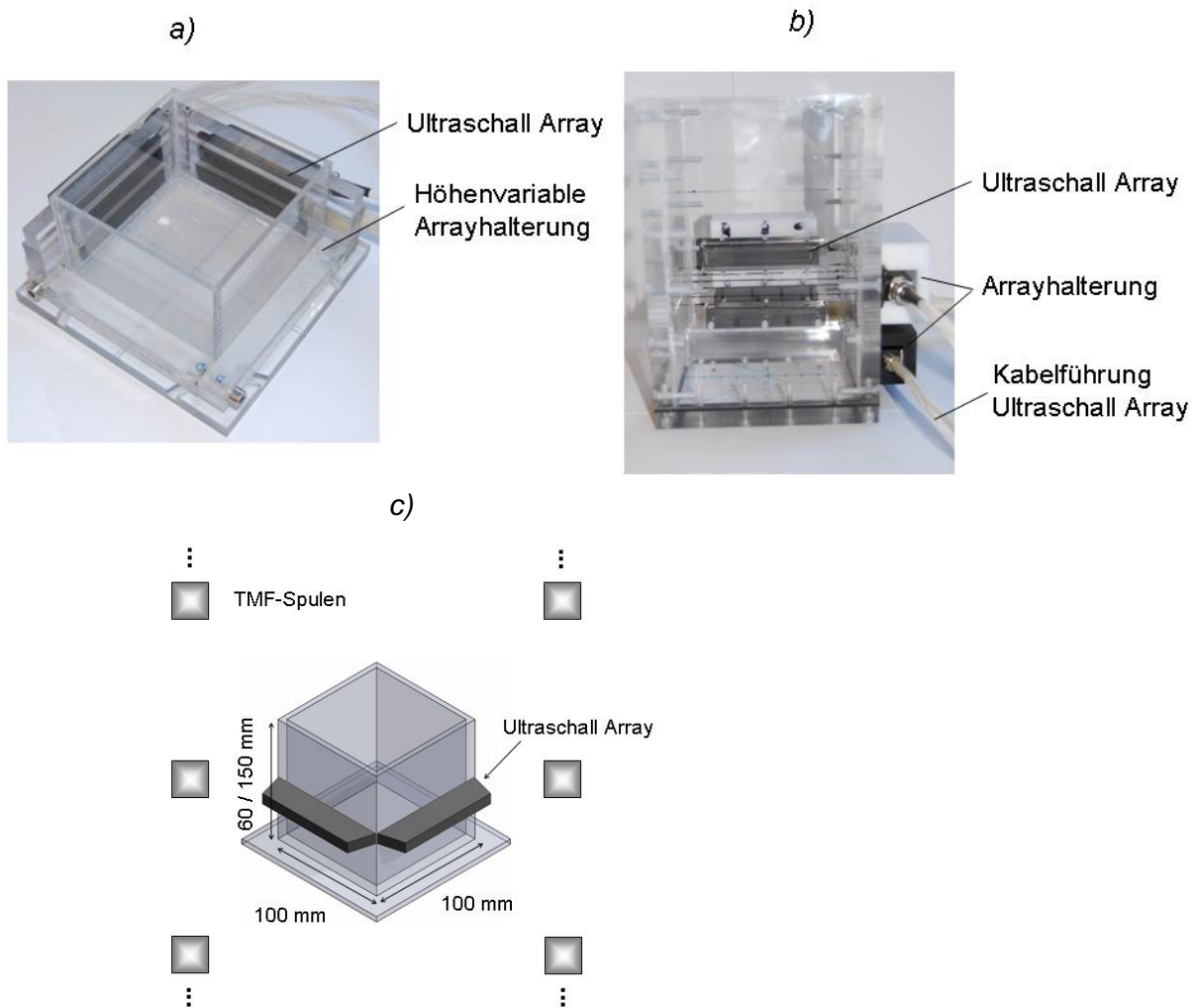


Abb. 4: a) und b) Fotos der verwendeten Plexiglasbehälter mit fixierten UDV-Arrays c) Skizze zur Positionierung der Plexiglasbehälter im TMF-Spulensystem.

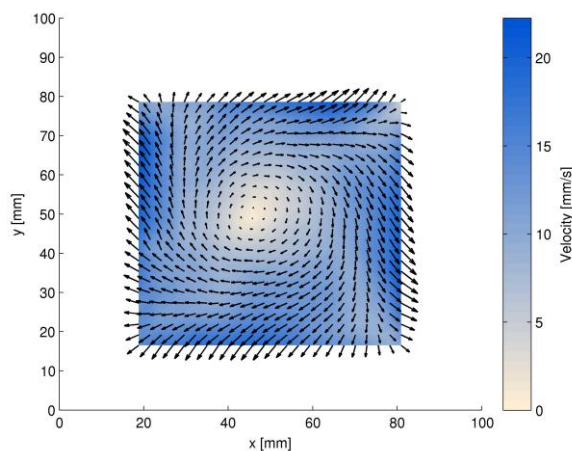
Das Spulensystem besteht aus 6 Spulen zu je 36 Kupferwindungen mit einer festen Phasenverschiebung von  $60^\circ$  zwischen benachbarten Spulen [10]. Die Stromrichtung, -stärke und -frequenz kann vorgegeben werden, woraus ein aufwärts- (TMF up) oder abwärts (TMF down) gerichtetes Wanderfeld mit einer maximalen magnetischen Induktion von 3 mT resultiert. Die Wellenlänge des magnetischen Feldes beträgt 55 cm. Für die Modellexperimente wurden eine feste Frequenz von 450 Hz und ein fester Strom von 16,3 A gewählt, um eine maximale Lorentzkraftdichte in der Schmelze zu erzeugen. Die daraus resultierenden Strömungen sind instationär. Alle Untersuchungen erfolgten bei TMF up und horizontal und vertikal im Spulensystem zentrierten Gefäßen. Die Schmelzhöhe wurde als bedeutsamer praktischer Parameter systematisch zwischen 20 und 100 mm variiert ( $AR = H/D = 0,2 - 1$ ).

Das Ultraschall-Doppler-Messsystem erlaubt bei einer Messtiefe von 100 mm in GalnSn und einer daraus resultierenden Schalllaufzeit von  $73 \mu\text{s}$  die Aufzeichnungen von 52 vollständigen Geschwindigkeitsprofilen, berechnet aus jeweils 50 Echos in 24 Messlinien. Diese wurden unter Berücksichtigung der zeitlichen Ausdehnung der Strömungsphänomene in einem zeitlichen Abstand von  $\Delta t = 5 \text{ s}$  erfasst. Anschließend erfolgt eine Mittelung dieser Profile zu den in Abbildung 5-7 dargestellten Vektorfeldern. Der Messbereich erstreckt sich dabei auf eine Fläche von jeweils  $67 \times 67 \text{ mm}^2$  im Inneren des Flüssigkeitsvolumens.

Es lässt sich feststellen, dass sich die TMF-induzierte Strömung teilweise deutlich in ihrer Struktur von der typischen toroidalen Strömung, wie sie in Zylindergeometrien auftritt, unterscheidet. Bei niedrigen Schmelzhöhen (20 – 25 mm) ergibt sich im Zentrum eine horizontal

rotierende Strömung (vgl. Abb. 5a), die auch bei numerischen Simulationen [4] beobachtet wurde (Abb. 5b). Die normalen TMF-Wirbel werden an den Rand der Schmelze gedrängt und es bildet sich eine zentral rotierende Strömung mit einer sehr geringen Strömungsgeschwindigkeit im Zentrum des Wirbels aus. In [4] wurde diese Strömungsstruktur durch numerische Simulationen und eindimensionale Geschwindigkeitsprofilmessungen an verschiedenen horizontalen Messpositionen untersucht und eine mögliche Erklärung für die Entstehung solch einer komplexen Strömungsstruktur aufgezeigt. Die eindimensionalen Geschwindigkeitsprofilmessungen erlaubten aber nur im Vergleich mit den numerischen Simulationen einen Rückschluss auf die rotierende Strömungsstruktur, da die Messlinienanzahl limitiert ist. Im Gegensatz dazu war es mit den zweidimensionalen Geschwindigkeitsfeldmessungen direkt möglich, die Strömungsstruktur komplett zu erfassen. Der Vergleich von UDV-Strömungsmessungen (Abb. 5a) mit den in [4] erfolgten numerischen Simulationen (Abb. 5b) zeigt gute qualitative Übereinstimmungen.

a) Schmelzhöhe: 25 mm



b) numerische Simulation; Schmelzhöhe 25 mm; [4]

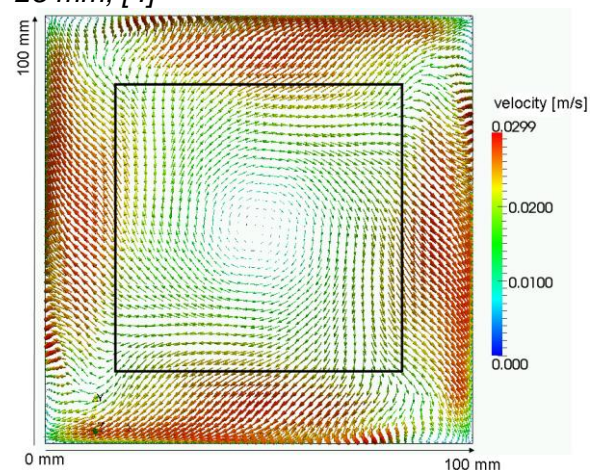
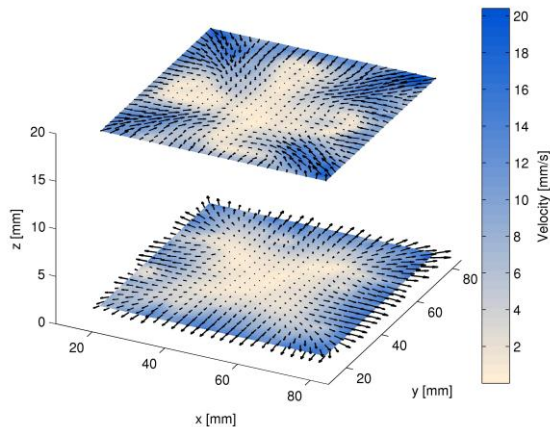


Abb. 5: a) Zeitlich gemittelttes  $x,y$ -Strömungsfeld ( $67 \times 67 \text{ mm}^2$ ) für 25 mm Schmelzhöhe bei einer Messhöhe von 6,5 mm b) Vektordarstellung der Strömungsgeschwindigkeit bei einer Messhöhe von 6,5 mm mit Hilfe von direkter numerischer Simulation berechnet. Die viereckige Markierung kennzeichnet das Messfeld. entnommen aus [4].

Bereits bei geringfügig höheren Schmelzhöhen (30 mm), vgl. Abb. 6a, erfolgt der Übergang zu den typischen TMF-Wirbeln, welche sich über die gesamte Schmelzhöhe erstrecken und am Schmelzboden und -oberfläche durch horizontale Strömungskomponenten gekennzeichnet sind, die je nach TMF-Richtung von innen nach außen oder umgekehrt strömen. Im restlichen Schmelzvolumen dominiert die vertikale Strömung, deren Strömungsrichtung ebenfalls von der TMF-Richtung abhängt. Daher lassen sich über einen weiten Messhöhenbereich keine signifikanten horizontalen Strömungsanteile messen.

Die toroidale Strömungsstruktur dominiert auch bei einer Schmelzhöhe von 50 mm (vgl. Abb. 6b). Deutlich lässt sich bei einer Messhöhe von 1,5 mm das horizontale Strömungsfeld erfassen, während bei einer Messhöhe von 20 mm kaum eine horizontale Strömungskomponente vorhanden ist.

a) Schmelzhöhe: 30 mm



b) Schmelzhöhe: 50 mm

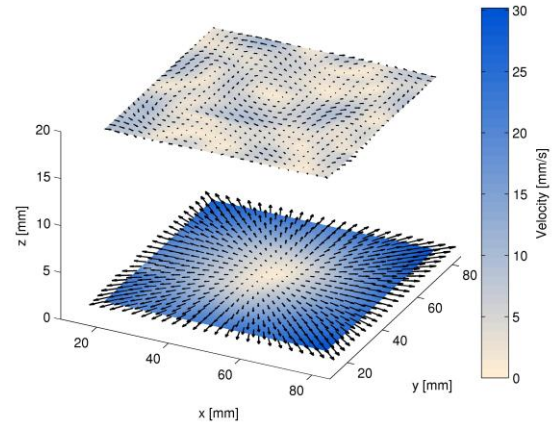


Abb. 6: Zeitlich gemittelte  $x,y$ -Strömungsfelder ( $67 \times 67 \text{ mm}^2$ ) für 30 (a) und 50 mm (b) Schmelzhöhe bei einer Messhöhe jeweils von 1,5 mm und 20 mm.

Bei 100 mm Schmelzhöhe (vgl. Abb. 7) tritt wiederum eine 3D-Strömung auf, deren Strömungsstruktur und Ursache noch Untersuchungsschwerpunkt von weitergehenden Modellexperimenten und numerischen Simulationen ist. Der radiale Strömungsanteil bei einer Messhöhe von 56 mm deutet auf einen verkippten TMF-Wirbel hin, der sich nicht mehr über die gesamte Schmelzhöhe erstreckt, sondern nur über die obere Hälfte.

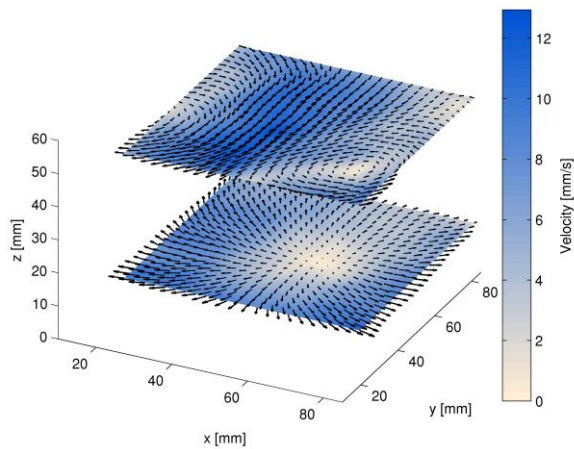


Abb.7: Zeitlich gemitteltes  $x,y$ -Strömungsfeld ( $67 \times 67 \text{ mm}^2$ ) für 100 mm Schmelzhöhe bei einer Messhöhe von 18 mm und 60 mm.

## Zusammenfassung und Ausblick

Es wurde ein UDV-System für die Vermessung von Strömungen in Flüssigmetallen vorgestellt. Dabei kommen vier Ultraschall-Arrays für flächenhafte, mehrkomponentige Messungen bei Bildraten bis zu 30 Hz. zum Einsatz. Das Messsystem wurde an einem Modellexperiment zur Strömungsuntersuchung in einem Gefäß mit quadratischer Grundfläche unter dem Einfluss eines magnetischen Wanderfeldes eingesetzt, wobei gleichzeitige, zweikomponentige Messungen in zwei Ebenen durchgeführt wurden und als Parameter die Höhe des Flüssigmetalls im Gefäß variiert wurde.

Je nach Schmelzhöhe ergeben sich komplexe, dreidimensionale Strömungsstrukturen. Bei niedrigen Schmelzhöhen  $AR = 0,2 - 0,25$  ergibt sich eine zentral rotierende Strömung, die von der „typischen“ TMF-Wirbelstruktur bei mittleren Schmelzhöhen  $AR > 0,3$  abgelöst wird. Bei hohen Schmelzhöhen  $AR = 1$  ist die Strömung wiederum dreidimensional mit einem ho-

hen horizontalen Strömungsanteil in der Schmelzmitte. Der bei niedrigen Schmelzhöhen von der Simulation vorhergesagte Horizontalwirbel konnte damit auch experimentell mit hoher Auflösung nachgewiesen werden.

Es lässt sich feststellen, dass das Messsystem für eine hochauflösende Untersuchung instationärer, dreidimensionaler Strömungsvorgänge in einer nicht-zylindrischen isothermalen Modellgeometrie geeignet ist. Zudem konnte eine gute qualitative Übereinstimmung der Strömungsmessungen mit numerischen Simulationen demonstriert werden. Perspektivisch sind für detailliertere Untersuchungen der Strömungsstrukturen auch die wandnahen Bereiche, insbesondere die Gefäßecken und vertikale Geschwindigkeitskomponenten von Bedeutung. Dies kann durch angepasste Wandlergeometrien mit erhöhter Elementanzahlen und veränderter Wandleranordnung im Modellexperiment messbar gemacht werden.

## Danksagung

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Förderung der Arbeiten innerhalb des Sonderforschungsbereichs 609 „Elektromagnetische Strömungsbeeinflussung in Metallurgie, Kristallzüchtung und Elektrochemie“, Teilprojekt A8.

## Literatur

- [1] F. M. Kiessling, F. Büllfeld, N. Dropka, Ch. Frank-Rotsch, M. Müller, P. Rudolph: "Characterization of mc-Si directionally solidified in travelling magnetic field", J. Cryst. Growth doi: 10.1016/j.jcrysgro.2012.03.017
- [2] C. Tanasie, D. Vizman, J. Friedrich: „Numerical study of the influence of different types of magnetic fields on the interface shape in directional solidification of multi-crystalline silicon ingots“, J. Cryst. Growth 318, S. 293-297, 2011
- [3] Ch. Frank-Rotsch, P. Rudolph: "Vertical gradient freeze of 4 inch Ge crystals in a heater-magnet module", J. Cryst. Growth 311, S. 2294-2299, 2009
- [4] K. Dadzis, J. Ehrig, K. Niemietz, O. Pätzold, U. Wunderwald, J. Friedrich, "Model experiments and numerical simulations for directional solidification of multicrystalline silicon in a traveling magnetic field", J. Cryst. Growth 333, S.7-15, 2011
- [5] Y. Takeda, H. Kikura, "Flow mapping of mercury flow", Exp. Fluids 32, S. 161-169, 2002
- [6] S. Eckert, A. Cramer, G. Gerbeth, "Velocity measurement techniques for liquid metal flows", in "Magnetohydrodynamics - Historical Evolution and Trends", S. Molokov, R. Moreau, H.K. Moffatt (Eds.), Springer-Verlag, Dordrecht, S. 275 – 294, 2007
- [7] S. Franke, L. Büttner, J. Czarske, D. Rübiger, S. Eckert, „Ultrasound Doppler system for two-dimensional flow mapping in liquid metals“, Flow Meas. Instr. 21, S. 402-409, 2010
- [8] S. Franke, H. Lieske, A. Fischer, L. Büttner, J. Czarske, D. Rübiger, S. Eckert, „2d-2c Ultrasound Doppler Array Velocimeter for Flow Investigations in Liquid Metals“, 7th International Symposium on Ultrasonic Doppler Methods for Fluid Mechanics and Fluid Engineering, S. 89 – 92, 7.-9. April 2010, Göteborg, Sweden
- [9] L. Büttner, S. Franke, D. Rübiger, S. Eckert, J. Czarske „Ultraschall-Doppler-Array-Meßsystem zur flächenhaften Untersuchung von Flüssigmetallströmungen“, Beitrag 14, 19. GALA-Fachtagung „Lasermethoden in der Strömungsmesstechnik“, 6. – 8. September 2011
- [10] R. Lantzsich, V. Galindo, I. Grants, C. Zhang, O. Pätzold, G. Gerbeth, M. Stelter, "Experimental and numerical results on the fluid flow driven by a traveling magnetic field", J. Cryst. Growth 305, S. 249-256, 2007