УЧРЕЖДЕНИЕ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ АКАДЕМИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
НАУЧНО-ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР НАНОТЕХНОЛОГИЙ РАН

Исследование поверхностных дефектов эпитаксиальных слоев, фотолюминесценция структур с квантовыми ямами (калибровка составов и скорости роста, однородность по поверхности)

Методические указания по исследовательской работе

Санкт-Петербург
2010

Оглавление

Объект исследования 3
Цель работы 4
Задачи 4
Оборудование и методы исследования 4
Измерение плотности дефектов 5
Методы исследования 5
Классификация дефектов в гетероструктуре. 6
Концепция HAZE. 10
Порядок выполнения работы 11
Выводы 13
Калибровка составов и скорости роста эпитаксиальных структур 14
Методы исследования 14
Выращивание тестовой структуры 18
Измерения спектров ФЛ тестовой гетероструктуры и определение скоростей роста арсенидных соединений 19
Порядок выполнения работы 22
Выводы 24
Требования к отчёту 25
Литература 26

Объект исследования

Объектом исследования плотности поверхностных дефектов являются полупроводниковые гетероструктуры на подложках GaAs, диаметром 50,8 мм или 76 мм.

Калибровки толщины и состава слоев для гетероструктур в системе материалов галлий-индий-алюминий-мышьяк, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии, основаны на измерениях спектров фотолюминесценции (ФЛ) специальных тестовых (калибровочных) гетероструктур.

Толщины отдельных слоев транзисторных гетероструктур и тестовых (калибровочных) гетероструктур лежат в пределах от 0.001 до 2 мкм. Состав слоев AlGaAs характеризуется содержанием алюминия, выражаемым мольной долей AlAs – x, а состав слоев InGaAs характеризуется содержанием индия, выражаемым мольной долей InAs – y. Составы слоев транзисторных и тестовых гетероструктур лежат в пределах x =0 … 1,0 и y = 0 … 1,0. Транзисторные и тестовые (калибровочные) гетероструктуры представляют собой образцы неправильной формы или круглой формы, диаметром 50,8 мм или 76 мм.

Исследование однородности отдельных эпитаксиальных слоев производится на образцах круглой формы диаметром до 100 мм.

Цель работы

Целью работы является исследование плотности дефектов полупроводниковых гетероструктур на подложках GaAs; калибровка толщины и состава слоев для гетероструктур в системе материалов галлий-индий-алюминий-мышьяк; определение скоростей роста бинарных соединений и состав в тройных соединениях $Al_xGa_{1-x}As$ и $In_yGa_{1-y}As$. Исследование однородности эпитаксиального слоя по пластине.

Задачи

1. Определение плотности поверхностных овальных и единичных дефектов (карта распределения дефектов по пластине, гистограмма распределения, общее число дефектов, распределение дефектов по размерам, плотность дефектов).
2. Калибровка составов и скорости роста эпитаксиальных структур.
    a. Измерение спектров фотолюминесценции тестовой структуры;
    b. Вычисление скорости роста отдельных материалов и состав в тройном соединении $Al_xGa_{1-x}As$ и $In_yGa_{1-y}As$.
    c. Измерение карты фотолюминесценции с целью изучения однородности эпитаксиального слоя.

Оборудование и методы исследования

В лабораторной работе используется следующее методы и оборудование

1. Бесконтактный метод определения размеров и плотности дефектов, установка автоматического измерения поверхностной плотности дефектов Surfscan 4000.
2. Измерение спектров фотолюминесценции, установка RPMSigma.

Измерение плотности дефектов

Методы исследования

Для измерения плотности дефектов применяется промышленно выпускаемая установка автоматического измерения поверхностной плотности дефектов Surfscan 4000 (Surfscan 4000 Wafer Surface Defect and Contamination Analyzer).

Установка Surfscan 4000 позволяет быстро измерить число дефектов, расположение дефектов по пластине и распределение дефектов по размерам бесконтактным способом. Размеры измеряемых дефектов варьируются от 0.06 мкм^2 до 255 мкм^2. Установка позволяет получать карту дефектов, гистограмму распределения дефектов по размерам и карту haze с X-Y адресацией в реальном времени. Схематическое изображение установки приведено на *рисунке 1.1*.

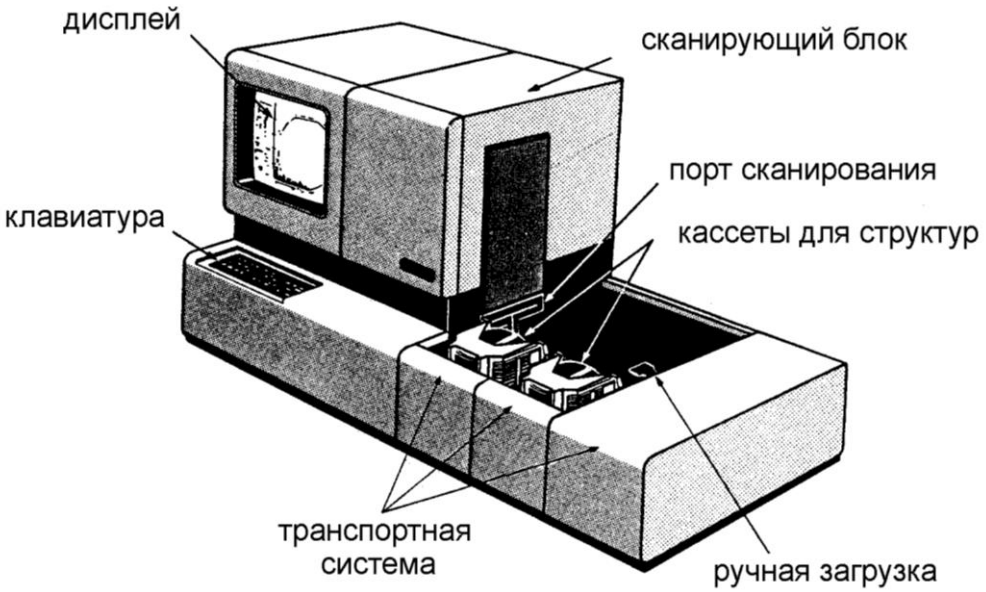

Рис. 1.1 *Схематическое изображение измерительной установки Surfscan 4000*

Классификация дефектов в гетероструктуре.

Задача любой эпитаксиальной технологии – свести проникновение дефектов в активные области структуры к минимуму, т.к. именно дефекты являются одним из мощнейших механизмов деградации свойств прибора. Используя тщательно выбранные условия выращивания слоев гетероструктур, и подбирая дизайн слоев, можно минимизировать количество дефектов, а также образование шероховатости на поверхности структуры. Дефекты в гетероструктурах имеют различное происхождение. Различают протяженные и единичные дефекты.

Характерная особенность слоев материала III-V выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии (molecular beam epitaxy, MBE) – наличие так называемых овальных дефектов. Они возникают во время зарождения эпитаксиального слоя. Когда эпитаксиальные слои выращены на подложке GaAs ориентации (001), овальной формы поверхностные дефекты вытянуты в <110> направлении (*см. рис.1.2*). Плотность овальных дефектов соотносится с температурой эффузионной галлиевой ячейки и также с температурой подложки.

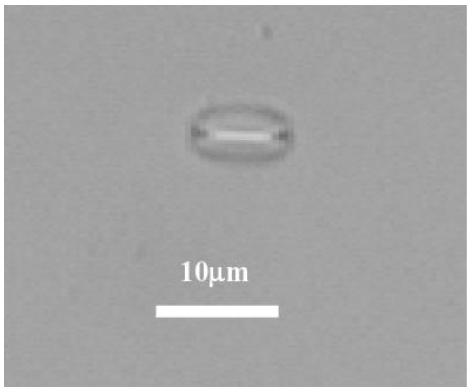

Рис. 1.2 *Изображение овального дефекта, полученное с помощью оптического микроскопа.*

Чистые, свободные от дефектов подложки и структуры имеют огромное значение для изготовления полупроводниковых приборов. Бесконтактный метод определения размеров и плотности дефектов

позволяет уменьшить дополнительное загрязнение структуры, вносимое прибором.

Работа прибора состоит в использовании принципа темного поля. Система получения картины темного поля состоит из двух основных компонент: источника света и детектора (*см. рис.1.3*).

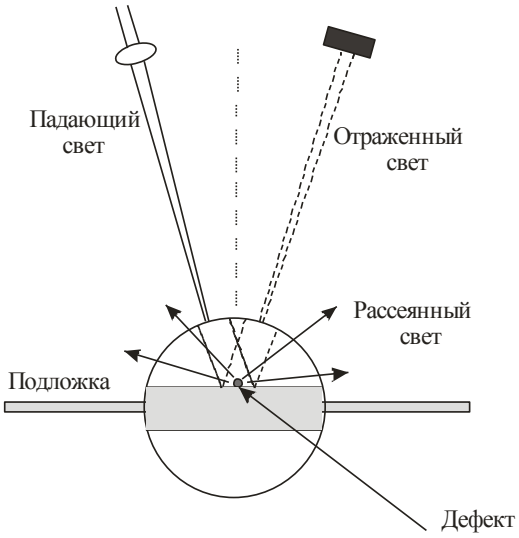

Рис. 1.3 *Метод сканирования*

Свет фокусируется на поверхности структуры, отраженный свет отражается на тот же угол, что и падающий луч. Однако, если на месте падения луча находится маленькая частица, часть падающего луча рассеется. Рассеянные лучи собираются и измеряются фотоумножителем. Оптические и механические системы направляют сфокусированный лазерный луч к каждой точки подложки. Величина рассеянного света измеряется и хранится в памяти вместе с координатой для получения карты дефектов.

На *рис.1.4* демонстрируется схематичное изображение рассеивающей и собирающей системы. Источником света в установке Surfscan 4000 является гелий-неоновый лазер (2мВт), длиной волны 632,8 нм. Свет из линейно-поляризованного, проходя через двойную угловую призму,

преобразуется в циркулярно-поляризованный свет (При использовании циркулярной поляризации, рассеяние эффективнее диагностируется).

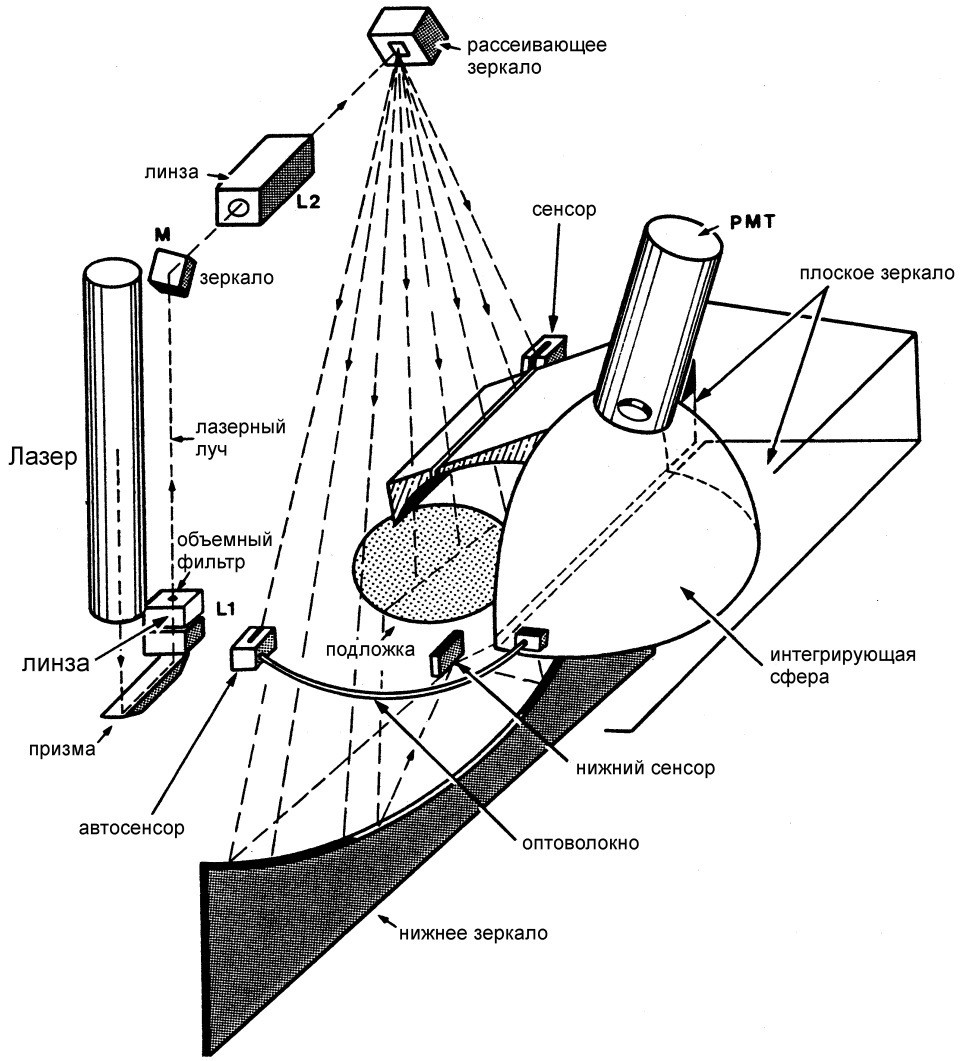

Рис.1.4 *Иллюстрация рассеивающей и собирающей системы.*

С помощью рассеивающего зеркала лазерный луч двигается от одного сенсора до другого через пластину. Когда сфокусированный луч сканирует подложку, транспортная система двигает подложку перпендикулярно линии сканирования, так что происходит полное сканирование подложки (пятнышко 100мкм в диаметре последовательно сканирует отдельные линии 25мкм). Комбинация положения рассеивающего зеркала и положения подложки дает X-Y координату пучка на пластине.

Наиважнейшими компонентами собирающей системы является эллиптическое зеркало и интегрирующая сфера.

Эллиптическое зеркало (элиптическо-циллиндрическое) собирает рассеянный свет. Неподвижная оптическая система производит нужное отклонение света (*см. рис.1.5*). Однако, используя оптические свойства эллиптического зеркала, любой свет, рассеянный от дефекта в первом фокусе эллиптического зеркала F1 неизменно фокусируется во второй фокус F2, а отклоненный свет фокусируется зеркалом в точке S и не проникает в интегрирующую сферу.

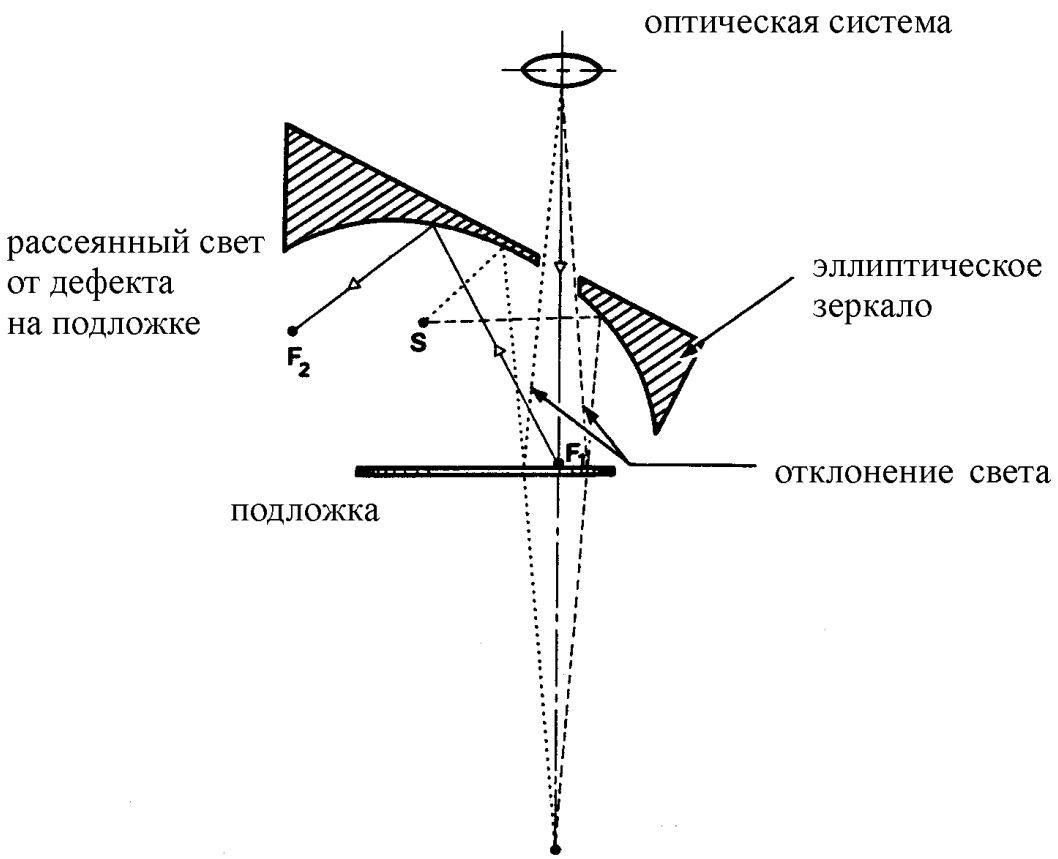

Рис.1.5 *Эллиптическое зеркало собирающей системы.*

Интегрирующая сфера (*см. рис.1.6*) усредняет свет, поступающий из второго фокуса эллиптического зеркала. Рассеянный свет от дефектов, в конце концов, достигает фотоумножителя (the photomultiplier tube, PMT).

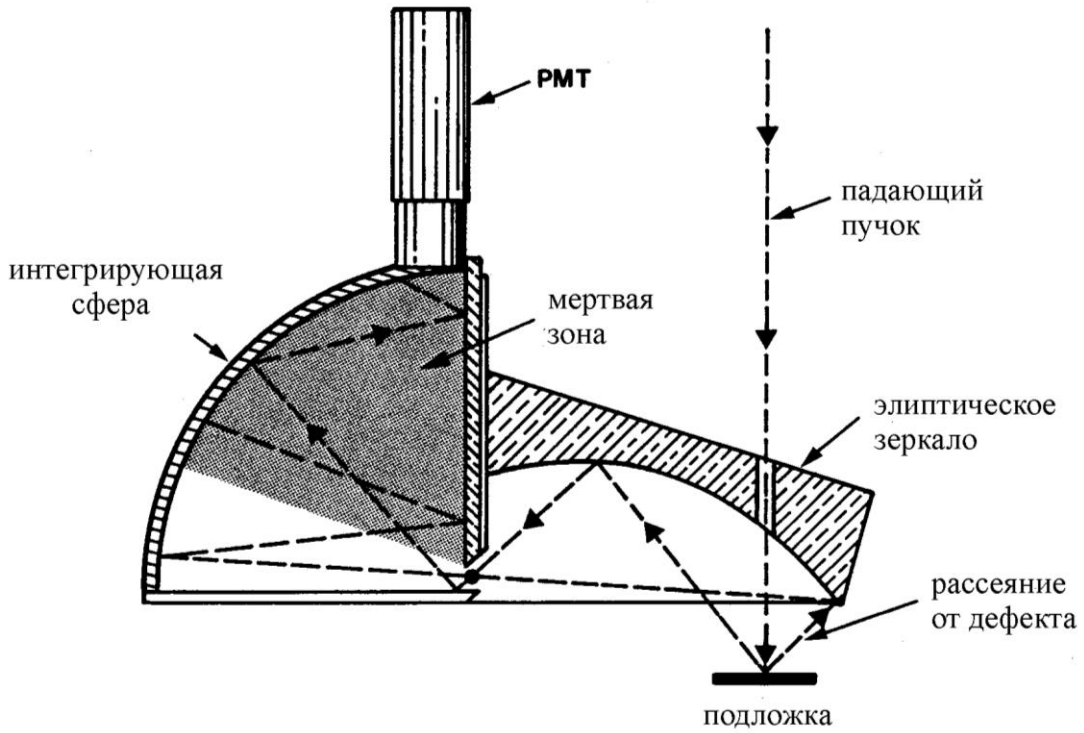

Рис.1.6 *Эллиптическое зеркало и интегрирующая сфера (вид с боку).*

Фотоумножитель используется, как детектор рассеянного света, потому что другие детекторы света не могут соперничать с ним в чувствительности, быстродействии и пропускной способности.

Существует два типа рассеяния света, которые система измеряет:

- Относительно высокий уровень фоточувствительности импульса света от отдельного дефекта, измеряемый PMT как импульс
- Низкий уровень фонового рассеивания в результате естественной поверхности подложки (от шероховатостей или химического пятна, например) измеряемый PMT как медленно меняющийся DC компонента, именуемый haze.

Концепция HAZE.

Haze в большинстве случаев, хотя не всегда, определяет шероховатость поверхности структуры. Haze отображается в миллионных

частях (parts per million, ppm), который рассматривает часть падающего света, захваченного коллектором. Haze связан с величиной именуемой общим интегральным рассеиванием (total integrated scatter, TIS), которая в свою очередь связана с RMS поверхностной шероховатости (δ) равенством:

$$dR / R_0 \cong \left(4\pi\delta / \lambda\right)^2 \qquad \text{для } \delta << \lambda$$

где dR – haze, выраженный в десятичной форме (в ppm), R_0 – поверхностная отражательная способность в десятичной форме (в %).

Следовательно, может быть сделана аппроксимация поверхностной шероховатости. Например, для кремния с R=33% (R_0 =0.33) и значения haze - 1000 ppm (dR=0.0001) , δ=27-28Å.

Порядок выполнения работы

Для измерения плотности дефектов необходимо выполнить следующие действия (все измерения проводятся при комнатной температуре):

1. Включить установку, нажав кнопку «Start» на измерительной установке.
2. Включить компрессор.
3. Расположить образец на измерительной платформе, убедившись, что пластина закрывает отверстие для откачки воздуха.

Выбрать необходимые параметры сканирования:

   a. Диаметр подложки
   b. Диапазон размеров измеряемых дефектов (для определения плотности овальных дефектов диапазон выставляется от 0,8 мкм^2 до 10 мкм^2. Для определения единичных - от 10 мкм^2 до 255 мкм^2.)
   c. Диапазон haze

4. Запустить процесс измерения (далее установка автоматически произведет измерение).

5. Результаты измерений выдается на экран (*см. рис.1.7*)
    a. Карта распределения дефектов по пластине;
    b. Гистограмма распределения дефектов по размерам;
    c. Карта распределения haze по пластине;
    d. Общее число дефектов на пластине;
    e. Распределение дефектов по размерам;
    f. Плотность дефектов;
    g. Значение haze;
    h. Процент поверхности структуры, занимаемой haze
6. Для паспортизации образца записываются данные: плотность дефектов, значение haze, процент поверхности структуры, занимаемая haze.
7. Произвести выключение приборов в порядке, обратном порядку включения.

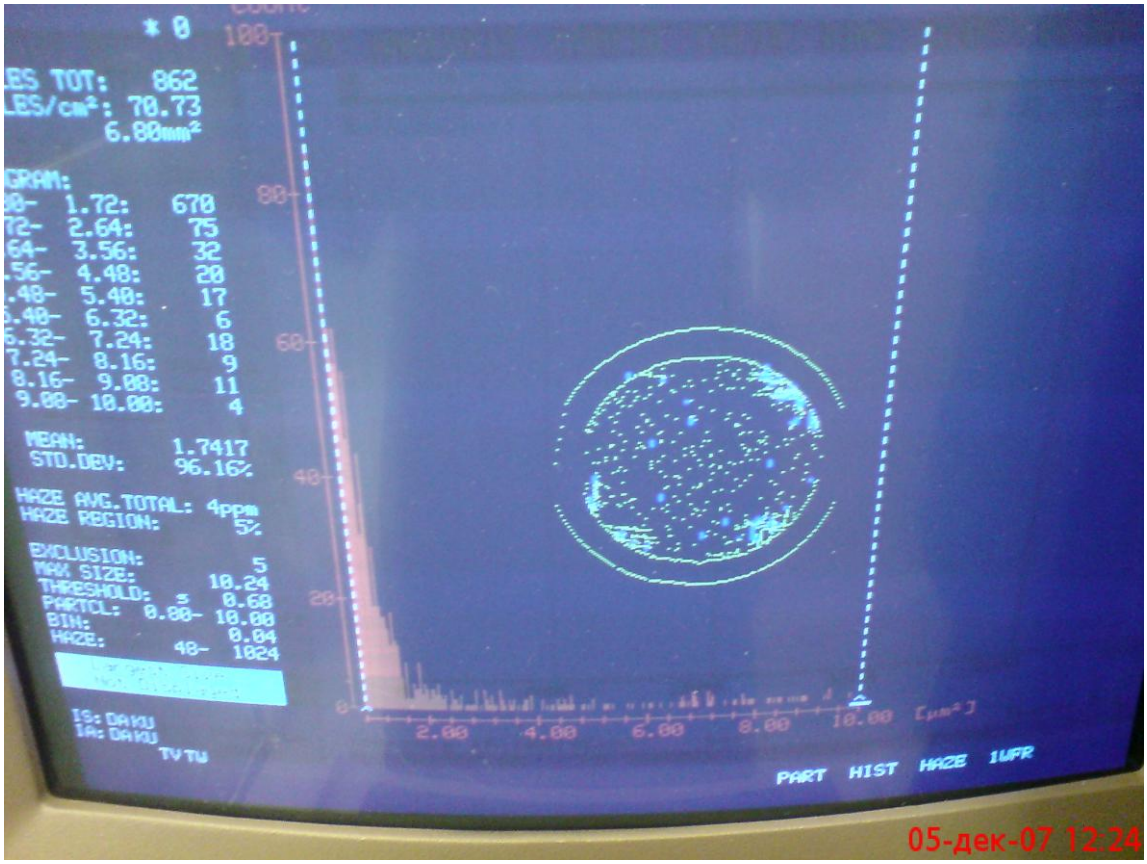

Рис.1.7. *Результаты измерений на дисплее установки Surfscan 4000*

Выводы

Для гетероструктур на подложках арсенида галлия плотность овальных дефектов считается приемлемой для изготовления приборов до 1500 шт/см^2. Плотность единичных - 100 шт/см^2.

Калибровка составов и скорости роста эпитаксиальных структур

Методы исследования

Калибровка толщины и состава слоев для гетероструктур в системе материалов галлий-индий-алюминий-мышьяк, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии, основана на измерениях спектров фотолюминесценции (ФЛ) транзисторных гетероструктур и специальных тестовых (калибровочных) гетероструктур.

При выполнении измерений применяется промышленно выпускающаяся установка автоматического измерения спектров фотолюминесценции фирмы Accent Optical Technologies (модель RPMSigma, рис.2.1). Установка состоит из элементов, перечисленных в таблице 1. Основные элементы оптической схемы установки приведены на рисунке 2.2.

Таблица 1- Перечень элементов, входящих в состав установки автоматического измерения спектров фотолюминесценции, и вспомогательных средств.

Порядковый номер и наименование измерительной установки, измерительной системы, стенда, СИ, устройства.	Обозначение стандарта, ТУ и типа средства измерений, либо его метрологические характеристики, или ссылка на чертеж или приложение
1	2
1 Внешний лазер Nd:YAG с диодной накачкой	Лазер непрерывного действия, излучающий на длине волны 532 нм, полученной путем удвоения основной гармоники, мощность до 100 мВт (заводится внутрь установки посредством оптического волокна)
2 Полупроводниковый	Инжекционный лазер непрерывного действия, излучающий на длине волны 788

лазер	нм, мощность до 45 мВт
3 Фотодетектор	Кремниевый фотодетектор, предназначенный для измерения интенсивности светового сигнала в диапазоне от 350 до 1000 нм
4 Фотодетектор	InGaAs-фотодетектор, предназначенный для измерения интенсивности светового сигнала в диапазоне от 900 до 1750 нм

Продолжение таблицы 1

1	2
5 Измерительная платформа (рис.2)	Конструкция должна обеспечить: - надежное крепление образца; - горизонтальное положение образца;
6 Система фокусировки лазерного излучения и позиционирования измерительной платформы (рис.2)	Конструкция должна обеспечить: - фокусировку лазерного луча на поверхности образца; - фокусировку сигнала фотолюминесценции образца на входных щелях монохроматора; - перемещение образца внутри установки от места загрузки до места измерения
7 Система контроля и обработки данных (СКиОД)	ПЭВМ DELL Optimex GX280 на базе процессора Intel Pentium 4 2.8 ГГц с монитором NEC
8 Компрессор	Должен обеспечить вакуум, достаточный для прижима образца к измерительной платформе
9 Монохроматор	Монохроматор с набором из трех дифракционных решеток - 150, 300 и 600 штрихов/мм, разрешение монохроматора 2.1, 1.04 и 0.52 нм, соответственно.

Примечание: - Вместо указанных в Таблице 1 средств измерения и вспомогательных устройств допускается применять другие аналогичные измерительные приборы и технические средства, обеспечивающие измерения с требуемой точностью.

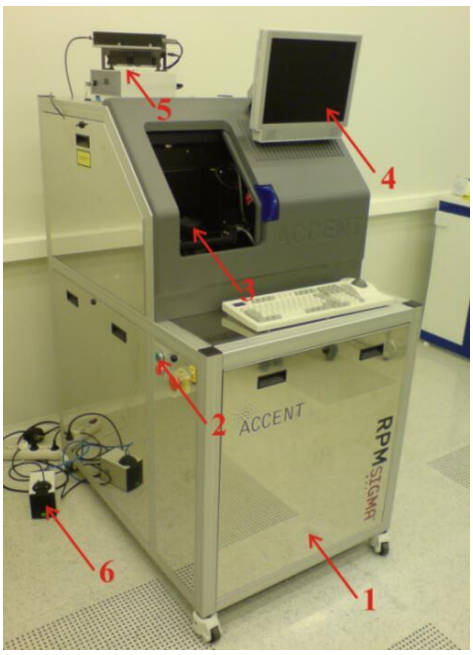

Рис. 2.1 *Фотография измерительной установки: 1- установка RPMSigma, 2 – кнопка включения установки (СКиОДа), 3 – место загрузки образца, 4 – монитор СКиОД, 5 – внешний Nd:YAG лазер, 6 –компрессор.*

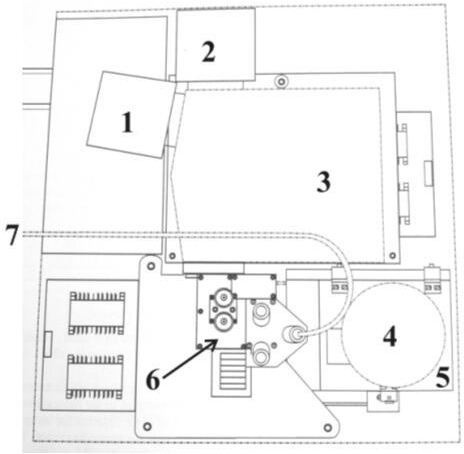

Рис. 2.2 *Схематичное расположение элементов оптической системы измерительной установки: 1 – кремниевый детектор, 2 – InGaAs детектор, 3 – монохроматор, 4 – измерительная платформа, 5 - система позиционирования измерительной платформы, 6 - система фокусировки лазерного излучения, 7 – оптоволокно.*

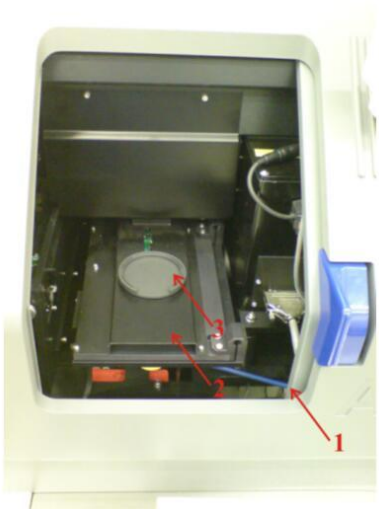

Рис. 2.3. *Фотография области загрузки образца: 1 – дверца, 2 – система позиционирования измерительной платформы, 3 – измерительная платформа.*

Определение толщины и состава слоев гетероэпитаксиальных структур выполняют по калибровочным графикам и результатам спектроскопии фотолюминесценции (ФЛ).

Процесс ФЛ состоит в поглощении фотонов с энергией больше, чем ширина запрещенной зоны (Eg) исследуемого материала или квантового объекта, и последующем испускании фотона с энергией, равной Eg материала или расстоянию между квантовыми уровнями в квантово-размерном объекте. Таким образом, по спектрам ФЛ можно определить Eg слоев и квантовых объектов, из которых состоит исследуемая структура. Состав эпитаксиального слоя однозначно определяет Eg этого слоя, а Eg квантово-размерного объекта зависит от его состава и толщины. Эта взаимосвязь между оптическими и структурными свойствами позволяет найти состав и толщину слоев гетероэпитаксиальных структур.

Процесс определения толщины и состава слоев состоит из следующих этапов:

- выращивание тестовой структуры;
- определение скоростей роста арсенидных соединений (GaAs, AlAs, InAs) по спектрам ФЛ тестовой структуры и калибровочным графикам;
- выращивание транзисторной структуры, исходя из определенных на предыдущем этапе скоростей роста;
- контроль соответствия между ожидаемыми и реальными значениями по спектрам ФЛ транзисторной структуры.

Выращивание тестовой структуры

На данном этапе методом молекулярно-пучковой эпитаксии выращивается тестовая структура, состоящая из необходимого для определения скоростей роста арсенидных соединений количества слоев и квантово-размерных объектов. Обычно тестовая структура включает в себя слой $Al_{0.2}Ga_{0.8}As$, ограниченный барьерами из $Al_{0.3}Ga_{0.7}As$, сверхрешетку $GaAs/Al_{0.3}Ga_{0.7}As$ 10/10 нм и InGaAs квантовую яму (табл. 2).

Таблица 2. Последовательность слоев тестовой структуры

Слой тестовой гетероструктуры, Назначение	**Состав (x_{AlAs}, y_{InAs})**	**Толщина**
Полуизолирующая GaAs подложка		350 мкм
Буферный слой GaAs		200 нм
Барьер $Al_xGa_{1-x}As$	x=0,30	50нм
GaAs		100 нм
Квантовая яма In_yGa_{1-}	y=0,16	10нм

$_{y}$As		
GaAs		100 нм
Барьер $Al_xGa_{1-x}As$	x=0,30	50нм
Сверхрешетка $Al_xGa_{1-x}As$/GaAs (x10)	x=0,30	10 нм/10нм
Барьер $Al_xGa_{1-x}As$	x=0,30	50 нм
Тестовый слой $Al_xGa_{1-x}As$	x=0,20	250 нм
Барьер $Al_xGa_{1-x}As$	x=0,30	50 нм
Прикрывающий слой GaAs		10 нм

Измерения спектров ФЛ тестовой гетероструктуры и определение скоростей роста арсенидных соединений

В программе для измерения спектров ФЛ в СКОД установить интересующий диапазон и запустить процесс сканирования. После завершения сканирования спектра полученную информацию обработать в графическом редакторе. В итоге получится график зависимости интенсивности ФЛ от энергии с максимумами, соответствующими Eg слоев и квантовых объектов, из которых состоит исследуемая структура (рис. 2.4).

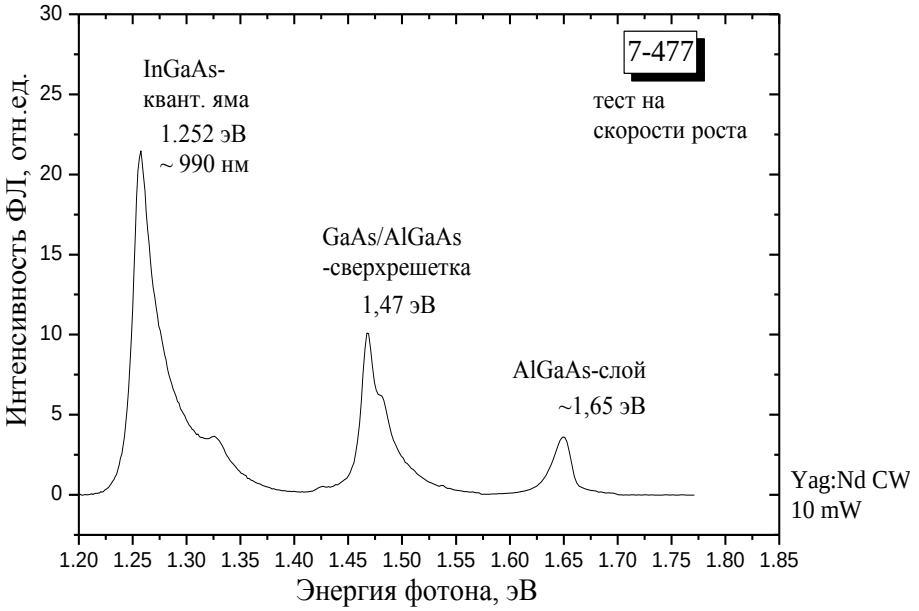

Рисунок 2.4. Спектр ФЛ тестовой структуры при комнатной температуре

Определение скоростей роста арсенидных соединений начинается с определения скорости роста AlAs. По положению пика от $Al_{0.2}Ga_{0.8}As$ слоя вычисляем истинный состав твердого раствора по формуле:

$$x_{AlAs}=(E_0-1.424)/0.0127,$$

где x_{AlAs} - мольная доля AlAs в процентах, E_0- положение максимума ФЛ от $Al_{0.2}Ga_{0.8}As$ слоя в эВ; Сравнивая истинный и ожидаемый состав $Al_{0.2}Ga_{0.8}As$, находим истинную скорость роста по формуле:

$$V_{ист}=V_0*x/20\%,$$

где $V_{ист}$ – истинная скорость роста, V_0 – ожидаемая скорость роста, x - мольная доля AlAs в процентах;

После этого определяем скорость роста GaAs. Для чего из спектров ФЛ находим значение энергии перехода с основного квантового состояния сверхрешетки $GaAs/Al_xGa_{(1-x)}As$, затем по калибровочному графику 1 (рис. 2.5, а) определяем толщину GaAs. Поделив толщину GaAs на время его роста, находим скорость роста GaAs.

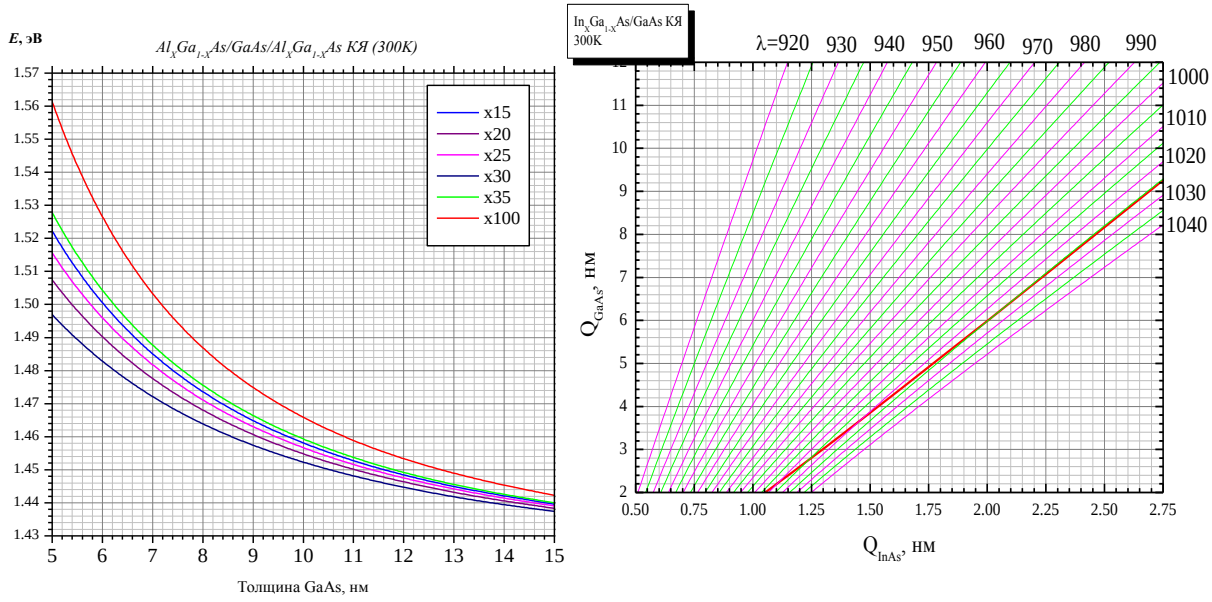

Рис.2.5. *Калибровочные графики определения толщины GaAs (а) и InGaAs (б) квантовых ям.*

Теперь, зная скорость роста GaAs и время роста InGaAs квантовой ямы, можно найти скорость роста InAs. Для этого, зная скорость роста GaAs, находим толщину GaAs (d_{GaAs}), осажденного за время роста InGaAs квантовой ямы. На калибровочном графике (рис. 2.5, б) выбираем кривую, соответствующую значению максимума ФЛ от InGaAs квантовой ямы при комнатной температуре (в нм) и по точке пересечения данной кривой и прямой $Q_{GaAs}=d_{GaAs}$ определяем толщину InAs, осажденного за время роста квантовой ямы. После чего, поделив найденную толщину InAs на время роста InGaAs квантовой ямы, получаем значение скорости роста InAs соединения. Чтобы определить состав InGaAs квантовой ямы, необходимо воспользоваться формулой:

$$x_{InAs}=(d_{InAs} / (d_{GaAs}+ d_{InAs}))*100\%,$$

где x_{InAs} - мольная доля InAs в процентах, d_{GaAs} - толщина GaAs в нм, d_{InAs} - толщина InAs в нм.

Для определения однородности оптических параметров по площади пластины установка автоматического измерения спектров

фотолюминесценции фирмы Accent Optical Technologies (модель RPMSigma) позволяет получать карту фотолюминесценции. Имея в одиночном спектре фотолюминесценции один или несколько пиков интенсивности от внутренней структуры образца, можно получить карту распределения пиков фотолюминесценции, интенсивности фотолюминесценции и распределение полуширины по структуре (рис.2.6).

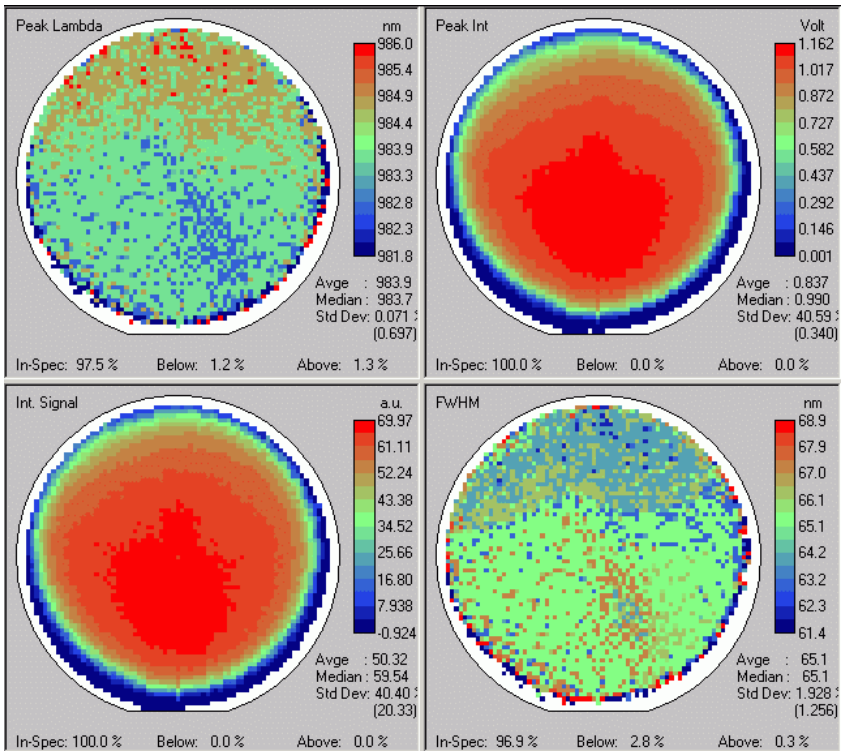

Рис.2.6. *Карта фотолюминесценции гетероструктуры*

Порядок выполнения работы

Для измерения спектров ФЛ необходимо выполнить следующие действия (все измерения проводятся при комнатной температуре):

1. Включить СКиОД, нажав кнопку «Start» на измерительной установке.
2. Запустить программу измерений «RPMSigma».
3. Включить компрессор.

4. Расположить образец в соответствующей измерительной платформе (на 2 или 3 дюйма), убедившись, что пластина закрывает отверстия для откачки воздуха по периметру патформы (рис. 2) .
5. Включить блок накачки Nd:YAG лазера и дать ему прогреться в течение 10 минут.
6. В программе измерений выбрать функцию загрузки образца (образец автоматически переместится на место измерения).
7. Выбрать нужный лазер и ввести в программу параметры сканирования спектра:

   а. Начальную длину волны спектра

   б. Конечную длину волны спектра

   в. Тип сканирования

   г. Скорость сканирования

   д. Шаг сканирования.
8. Запустить процесс измерения спектра (далее установка автоматически произведет измерение спектра ФЛ и выдаст график на экран СКиОД с определенными значениями пиков от различных слоев гетероструктуры).
9. При необходимости определить положение пиков ФЛ вручную путем перемещения курсора по спектру ФЛ.
10. При необходимости (слабая интенсивность пика ФЛ) измерить спектр ФЛ в интересующем диапазоне на меньшей скорости сканирования.
11. Для получения карты фотолюминесценции в программе выбрать функцию измерения карты, а не одиночного спектра.
12. Сохранить полученный спектр ФЛ на дисковом накопителе СКиОД.
13. Произвести выключение приборов в порядке, обратном порядку включения.

Выводы

Определив точно скорости роста арсенидных соединений, необходимо откорректировать скорости роста для выращивания рабочих гетероструктур. При этом толщины слоев для определенных скоростей роста регулируется путем выбора времени осаждения, а состав тройных соединений (AlGaAs, InGaAs) регулируется путем подбора отношения скоростей роста составляющих их бинарных соединений (GaAs, AlAs, InAs).

Требования к отчёту

Отчёт должен содержать:

1. **Титульный лист**, содержащий:
    а. Название
    б. Фамилии исполнителей
    в. Фамилию руководителя
    г. Название ВУЗа, факультета, кафедры, номер группы
    д. Даты выполнения работы и сдачи отчёта
2. **Цель работы**
3. **Задачи** – этапы выполнения работы
4. **Параметры/условия экспериментов**
5. **Результаты**

Приводятся данные по измерению плотности овальных и единичных дефектов.

Приводятся спектры и карты фотолюминесценции.

Результаты должны содержать расчет скоростей роста бинарных соединений (GaAs, AlAs, InAs) и состав тройных соединений (AlGaAs, InGaAs).

6. **Выводы**

Отчёт должен быть сдан перед защитой работы в бумажном и электронном виде.

Литература

[1] *M. Kaniewska and I. Slomka*, Cryst.Res.Technol.**36,** 8-10 (2001) 1113-1118

[2] *K. Klima, M. Kaniewska, K.Reginski, J.Kaniewski*, Cryst.Res.Technol.**34,** 5-6 (1999) 683-687.

[3] *M.G.Panish, A.Y.Cho*, Molecular beam epitaxy, Spectrum, **17**(4) 18 (1980)

[4] *M.D.Lumb*, Luminescence Spectroscopy, Academic, New York, 1978

[5] *T.Sakamoto, H.Funabashi, K.Ohta, T.Nakagawa, J.J.Kawai, T.Kojima, Y.Bando*, Superlattices and Microstructures, **1**, 347 (1985).

[6] *V.M.Ustinov, A.E.Zhukov, A.Yu.Egorov, N.A.Maleev*, «Quantum dot lasers», series on semiconductor science and technology, Oxford university press, 2003