# Эволюция микролунок на широких террасах поверхности Si(111) в процессе высокотемпературного отжига

© А.С. Петров<sup>1</sup>, С.В. Ситников<sup>1</sup>, С.С. Косолобов<sup>2</sup>, А.В. Латышев<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup> Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук,

630090 Новосибирск, Россия <sup>2</sup> Сколковский институт науки и технологий,

143026 Москва, Россия

<sup>3</sup> Новосибирский государственный университет,

630090 Новосибирск, Россия

E-mail: alexey petrov@isp.nsc.ru

(Получена 22 октября 2018 г. Принята к печати 29 октября 2018 г. Принята к публикации 29 октября 2018 г.)

Методом *in situ* сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии проведены исследования трансформации микролунок на широких террасах поверхности Si(111), не содержащей вицинальных атомных ступеней, при термическом отжиге подложки в интервале  $1200-1400^{\circ}$ С. Предложена методика создания микролунок на широких террасах поверхности Si(111) с применением технологии фокусированного ионного пучка (Ga<sup>+</sup>). Обнаружено, что кинетика разрастания микролунки меняется при достижении ею критического радиуса  $R_{\rm crit}$ , что обусловлено активацией процесса зарождения двумерных вакансионных островков на дне микролунки. Предложена теоретическая модель, описывающая изменения латеральных размеров микролунки как до, так и после достижения  $R_{\rm crit}$ . На основе анализа полученной температурной зависимости частот зарождения двумерных вакансионных островков на дне микролунки определена эффективная энергия зародышеобразования вакансионного островка —  $4.1 \pm 0.1$  эВ.

DOI: 10.21883/FTP.2019.04.47438.9008

### 1. Введение

Сверхвысоковакуумный высокотемпературный отжиг является широко распространенным методом получения атомно-чистых поверхностей кремния, при этом морфология поверхности, слабо разориентированной от кристаллографической грани, всегда определяется плотностью ступеней и их направлением [1]. Применение литографических методов позволяет управлять распределением атомных ступеней, например, создавая области, содержащие двумерные вакансионные островки на дне углубления или двумерные островки на вершине пьедестала [2-4]. С помощью структурирования поверхности были определены важные количественные параметры, характеризующие атомные процессы при сублимации и эпитаксиальном росте в интервале температур 830-1300°С [2,3,5]. При более высоких температурах увеличение скорости атомных процессов затрудняет наблюдение положений отдельных атомных ступеней [3]. В случае высокотемпературного термического отжига или эпитаксиального роста информацию об атомных процессах можно извлечь из анализа кинетики трансформации литографически структурированных поверхностей [6,7]. Однако теоретическое описание экспериментальных исследований процессов трансформации литографических структур, созданных на вицинальной поверхности кристалла, затруднено из-за необходимости учета их взаимодействия с вицинальными ступенями, дислокациями и другими дефектами поверхности [8,9].

В данной работе предложена методика изучения кинетики разрастания микролунок на широких террасах

поверхности Si(111), не содержащей вицинальных ступеней, при термическом отжиге подложки переменным электрическим током. Цель работы заключается в определении механизмов массопереноса в процессе трансформации микролунок на широких террасах поверхности Si(111) при температурах 1200–1400°С.

#### 2. Методика эксперимента

Стандартные образцы размерами  $7 \times 1.1 \times 0.3$  мм вырезались из пластины легированного фосфором кремния, ориентированной в направлении [111] с отклонением поверхности менее 0.01°. После химической очистки петролейным эфиром образец помещался в установку ионно-лучевого травления низкоэнергетическими ионами аргона (PIPS Model 691), где на его поверхности формировалось углубление (макролунка) диаметром до 0.8 мм и глубиной до 2 мкм. Далее, в камере сверхвысоковакуумного отражательного электронного микроскопа (СВВ ОЭМ) образец предварительно отжигался при температуре выше 1300°С с целью получения атомночистой поверхности кремния. В процессе термического отжига в условиях сверхвысокого вакуума на дне макролунки формировалась широкая терраса диаметром до 100 мкм, ограниченная концентрическими атомными ступенями [10-12]. После отжига образец извлекался из камеры СВВ ОЭМ и дальнейшее структурирование поверхности производилось методом фокусированного ионного пучка (Ga<sup>+</sup>) на базе установки CrossBeam 1540 XB (Carl Zeiss) [13]. В центре макролунки на поверхности широкой террасы формировалась микролунка с латеральными размерами 5 × 5 мкм и глубиной 500 нм.

Подготовленные таким образом образцы помещались в сверхвысоковакуумную камеру ОЭМ для проведения экспериментальных исследований. Для очистки поверхности от слоя естественного окисла и загрязнений, связанных с процедурой препарирования образцов, осуществлялся отжиг при  $T \approx 1300^{\circ}$ С в течение 50 с. Контроль температуры подложки производился оптическим пирометром. Дополнительно температура образца калибровалась по сверхструктурному фазовому переходу  $(7 \times 7) \rightarrow (1 \times 1)$ , который наблюдается на поверхностях Si(111) при  $T = 830^{\circ}$ C [14]. Формирование сверхструктурной реконструкции Si(111)-(7 × 7) регистрировалось по возникновению дополнительных сверхструктурных рефлексов на картине микродифракции электронов от поверхности образца. Экспериментальные исследования морфологии поверхности с микролунками проводились при температурах 1200-1400°С. Нагрев образцов в камере СВВ ОЭМ осуществлялся пропусканием переменного электрического тока. Это позволяло исключить влияние на процесс трансформации микролунки эффекта электромиграции адсорбированных на поверхности атомов кремния, который может приводить к перераспределению атомных ступеней, формированию эшелонов ступеней и огрублению поверхности [1].

Методика СВВ ОЭМ позволяет визуализировать отдельные атомные ступени, двумерные и трехмерные островки, поверхностные реконструкции и структурные поверхностные дефекты, проводить in situ эксперименты по эпитаксиальному росту и сублимации. Принцип работы ОЭМ основан на том, что пучок высокоэнергетических электронов с энергией 100 кэВ падает на поверхность образца под брэгговскими углами порядка нескольких угловых градусов. Так как угол падения электронов на поверхность мал, они проникают в объем образца на глубину, не превышающую единиц нанометров, соответственно упругорассеянные электроны несут информацию лишь о приповерхностных слоях. Интенсивность дифрагированных пучков определяется структурой нескольких атомных плоскостей у поверхности кристалла, что обусловливает высокую чувствительность ОЭМ к структуре поверхностного слоя.

СВВ ОЭМ не позволяет напрямую получить изображение всей поверхности широкой террасы ( $\sim 100$  мкм в диаметре), содержащей микролунку. Для того чтобы проанализировать всю поверхность террасы, производился пошаговый отжиг следующим образом. Образец отжигался при заданной температуре T и быстро охлаждался (скорость охлаждения 400°С/с) до температуры 900°С. При температуре подложки 900°С записывалась последовательность ОЭМ-изображений, содержащая все области широкой террасы, и далее повторялся шаг с высокотемпературным отжигом. В графическом редакторе полученные ОЭМ-изображения объединялись для создания панорамной картины всей поверхности, содержащей микролунку.

Стоит отметить, что особенностью метода СВВ ОЭМ является сжатие изображения в направлении падения электронного пучка в ~ 60 раз. В поперечном направлении один пиксель соответствует 6.3 нм, а в продольном — 382.5 нм. На полученных панорамных ОЭМ-картинах измерялся продольный и поперечный размер микролунки, их среднее значение принималось за диаметр микролунки в определенный момент отжига.

## 3. Результаты

Измерено изменение радиуса микролунок R (рис. 1, b) при термическом отжиге в интервале температур 1200–1400°С для 17 образцов. На рис. 1, a представлена зависимость R от времени отжига t для некоторых из них. Видно, что для всех температур в процессе отжига с увеличением R наклон графика растет, что соответствует возрастанию скорости перемещения края микролунки. Рассмотрим подробно процессы массопереноса внутри и в непосредственной близости от микролунки.

При нагреве образца Si(111) до высоких температур (> 1200°С) происходит активный процесс сублимации, который в соответствии с классическими представлениями, развитыми в работе [15], происходит в несколько этапов: отрыв атома от ступени, его диффузия по терра-



**Рис. 1.** a — зависимости радиуса микролунки от времени отжига при различных значениях температуры. b — схематическое изображение микролунки в процессе термического отжига. 1, 2 — десорбция атомов с террас на дне и вокруг нее; 3, 4 — выход атомов из края микролунки на прилегающую террасу и на дно; 5 — десорбция атомов с края микролунки; 6 — отрыв ступени от края микролунки.



**Рис. 2.** ОЭМ-изображения микролунки после отжига (a) в течение 120 с при  $T = 1385^{\circ}$ С и (b) в течение 255 с при  $T = 1340^{\circ}$ С. I — край микролунки; 2 — концентрическая атомная ступень, ограничивающая вакансионный островок; 3 — внутренний край макролунки.

се и последующая десорбция. На рис. 1, b представлено схематическое изображение микролунки, стрелками 1и 2 указаны потоки атомов, десорбирующихся с террас на дне и вокруг микролунки соответственно. Восполнение атомов на террасах происходит за счет выхода их со стенок микролунки (рис. 1, b, процессы 3 и 4), что приводит к перераспределению материала на краю микролунки и его смещению. Также возможен прямой процесс сублимации материала с края микролунки (рис. 1, b, процесс 5). Стоит заметить, что за счет этих процессов квадратная форма микролунки трансформируется в круглую за короткий промежуток времени начального отжига.

В то же время в процессе отжига от края микролунки периодически отрываются одиночные атомные ступени (рис. 1, *b*, процесс 6), что приводит к уменьшению количества атомных ступеней в крае микролунки. В начальные моменты времени микролунка имеет глубину  $\sim 1500$  моноатомных ступеней. С уменьшением глубины микролунки скорость разрастания увеличивается при сохранении потока атомов из края микролунки.

Максимальный размер микролунки ограничен диаметром дна макролунки, на котором она была сформирована. Экспериментально установлено, что скорость разрастания микролунки начинает замедляться при приближении ее краев к внутреннему периметру макролунки на расстояния порядка или меньше 20 мкм. Из дальнейшего теоретического рассмотрения такие экспериментальные точки исключены из-за сложности учета взаимодействия микролунки и макролунки.

В процессе термического отжига на дне микролунки формируется терраса, не содержащая атомных ступеней, которая увеличивается в размерах в процессе разрастания микролунки. При достижении данной террасой критических размеров  $R_{\rm crit}$  в ее центре зарождается двумерный вакансионный островок, что согласуется с результатами работ [16–18], опубликованных ранее. При дальнейшем увеличении размера микролунки на дне террасы формируется система концентрических вакансионных островков, в центре которой периодически зарождается новый вакансионный островок. На рис. 2 приведены два ОЭМ-изображения микролунок размером порядка 50 (*a*) и 100 мкм (*b*), полученные вышеописанным методом. Стрелками с цифрой 2 обозначены концентрические вакансионные островки, а небольшие (5–10 мкм) вакансионные двумерные островки на террасе между ними формируются при быстром охлаждении от температур выше 1180°С, согласно данным работ [17,19].

## 4. Обсуждение результатов

Представим микролунку на поверхности в виде цилиндрического углубления радиуса R и глубиной H, вокруг которого имеется терраса шириной L (рис. 3, a). Как было показано выше, в процессе сублимации атомная ступень отрывается и движется по направлению от края микролунки. Положим, что L это максимальный размер террасы. Так как характерное время изменения размеров микролунки значительно больше, чем время сублимации одного бислоя поверхности при температурах отжига, используемых в эксперименте, в модели можно усреднить процесс сублимации во времени. При этом атомы из стенок микролунки выходят на дно микролунки, на прилегающую террасу размером L или напрямую десорбируют в вакуум (рис. 3, *a*). В модели можно принять, что десорбирующиеся со дна микролунки адатомы полностью восполняются за счет их выхода на террасу со стенки микролунки, а десорбирующиеся с прилегающей террасы восполняются как выходом из края микролунки, так и выходом из ступени. Из-за относительно малой величины L по сравнению с размерами микроструктуры можно с достаточной точностью принять, что на прилегающей террасе половина атомов вышла из края микролунки, оставшаяся половина — из ступени, ограничивающей эту террасу.

Запишем уравнение баланса потоков материала, десорбирующегося с поверхности и выходящего из края микролунки:

$$\left( \pi \ R^2(t) + 2\pi \ R(t)H(t) + \pi \frac{(R(t) + L)^2 - R^2}{2} \right)$$
  
  $\times v_1 h_0 dt = 2\pi \ R(t)H(t)dR(t),$  (1)

где  $h_0$  — высота одного бислоя поверхности Si(111) с плотностью  $1.56 \cdot 10^{15}$  атом · см<sup>-2</sup>, R(t), H(t) — радиус и глубина микролунки соответственно, а  $v_1$  — частота сублимации одного бислоя поверхности, определяемая следующим образом:

$$\nu_1 = \nu_0 e^{-\frac{E_{\rm sub}}{k_{\rm B}T}},\tag{2}$$

где  $\nu_0$  — частота атомных колебаний,  $E_{\rm sub}$  — энергия активации сублимации,  $k_{\rm B}$  — постоянная Больцмана,



**Рис. 3.** a — схематическое изображение микролунки в процессе распада;  $j_1$ ,  $j_2$ ,  $j_3$  — потоки атомов, которые десорбируются со дна микролунки, с боковой поверхности и с прилегающей террасы соответственно. b — экспериментальная зависимость радиуса микролунки от времени отжига при  $T = 1385^{\circ}$ С; сплошная линия — теоретическая зависимость R(t) без учета зарождения вакансионных островков; пунктирная линия теоретическая зависимость R(t) с учетом зарождения вакансионных островков при  $R > R_{crit}$ .

T — температура. Левая часть уравнения (1) соответствует потоку материала, который десорбируется со дна микролунки площадью  $\pi R^2(t)$  (рис. 3, *a*, поток  $j_1$ ), ее боковой поверхности —  $2\pi R(t)H(t)$  (рис. 3, *a*, поток  $j_2$ ) и половины прилегающей террасы —  $\pi \frac{(R(t)+L)^2-R^2}{2}$  (рис. 3, *a*, поток  $j_3$ ).

Правая часть уравнения определяет поток компенсирующего материала из края микролунки. При выходе атомов из боковой стенки R(t) увеличивается на величину dR, обозначенную штриховкой на рис. 3, *а*. Глубину микролунки можно определить как  $H(t) \approx H_0 - h_0 t v_1$ , где  $H_0$  — начальная глубина микролунки,  $h_0$  — высота атомной ступени на поверхности Si(111) (0.314 нм).

Уравнение (1) решалось численно с известными начальными параметрами — радиус и глубина микролунки.

Физика и техника полупроводников, 2019, том 53, вып. 4

Ширина террасы L измерена в процессе эксперимента и составила в среднем 1.5 мкм. Варьируемым параметром была частота сублимации  $v_1$ . Изменяя этот параметр, были получены теоретические значения R(t) для разных температур. На рис. 3, b представлена типичная экспериментальная зависимость радиуса микролунки от времени отжига при  $T = 1385^{\circ}$ С, совмещенная с теоретической кривой (сплошная линия). При небольших радиусах микролунки теоретическая модель хорошо описывает экспериментальные результаты, а при размерах более 20 мкм наблюдается расхождение. Причем в эксперименте микролунка разрастается медленнее, чем в теоретической модели.

Причиной расхождения теории с экспериментом является зарождение двумерных вакансионных островков на дне микролунки, которое активируется при достижении микролункой критического размера. Этот процесс замедляет уменьшение глубины микролунки, что в свою очередь влечет за собой снижение скорости ее разрастания. Для учета влияния процессов зарождения в уравнение (1) следует добавить дополнительный параметр  $h_0 t v_2$ , где  $v_2$  — частота зарождения вакансионных островков. Уравнение (1) примет следующий вид:

$$\left(\pi \ R^{2}(t) + 2\pi \ R(t)H(t) + \pi \frac{L(2R(t) + L)}{2}\right) v_{1}h_{0}dt$$
$$= 2\pi \ R(t) \left(H_{1}(\tau) - h_{0}tv_{1} + h_{0}tv_{2}\right) dR(t), \quad t > \tau, \quad (3)$$

где  $H_1 \approx H_0 - h_0 \tau v_1$  — глубина микролунки в момент времени  $\tau$ , соответствующий достижению микролункой критического радиуса для зарождения вакансионных островков. Частота зарождения  $v_2$  является варьируемым параметром в уравнении баланса (3), применимого для области  $R(t) > R_{crit}$ . С учетом процессов зарождения теоретическая модель хорошо описывает экспериментальные результаты распада микролунок при отжиге (пунктирная линия на рис. 3, *b*).

Из аппроксимации экспериментальных результатов уравнениями (1) и (3) с помощью метода наименьших квадратов определены частоты v1 и v2 сублимации одного бислоя с поверхности Si(111) и зарождения вакансионного островка соответственно, в интервале температур 1200-1400°С (рис. 4). Погрешности величин  $v_1$  и  $v_2$  обусловлены разницей между теоретическим и экспериментальным значением R(t) и составили от 3 до 15%. Определенные в данной работе значения частот согласуются с ранее полученными значениями в температурном интервале 1100-1300°С [19] и подчиняются единой активационной зависимости с энергией  $E_{\text{sub}} = 3.9 \pm 0.1$  эВ для сублимации и  $E_{\text{nuc}} = 4.1 - 0.1$  эВ для зарождения вакансионных островков. Значение энергии сублимации согласуется с литературными данными, полученными различными методами при температурах до  $1350^{\circ}$ C —  $4.1 \pm 0.2$  эВ [1,19], 4.09 эВ [20],  $4.3 \pm 0.3$  3B [2,21],  $4.1 \pm 0.5$  B [22].

Следует отметить, что в некоторых работах высказывается предположение о процессе неполного поверх-



**Рис. 4.** Температурные зависимости частот сублимации (a) и зарождения вакансионных двумерных островков (b); квадратными черными точками показаны экспериментальные результаты данной работы, сплошной линией обозначена аппроксимация экспоненциальной функцией, круглыми точками показаны значения, полученные в работе [19].

ностного плавления кристалла кремния при температурах подложки выше 1290°С [23,24]. Авторы данных работ предполагают наличие новой поверхностной фазы с соответствующими иными энергетическими параметрами, определяющими как массоперенос по поверхности, так и десорбцию материала с поверхности в вакуум. Результаты нашего исследования показали, что энергия сублимации кремния с поверхности Si(111) не изменяется с увеличением температуры подложки выше 1290°С, и, соответственно, переход приповерхностного слоя в частично расплавленное состояние маловероятен. Также в литературе известно, что поверхностное плавление встречается у металлов, например, на поверхности Pd(110) [25,26]. Однако для Pd(111) это явление не было обнаружено, что связали с высокой плотностью упаковки данной ориентации [27].

## 5. Заключение

Методом СВВ ОЭМ проведены исследования процессов распада микролунок на широких террасах поверхности Si(111) при отжиге переменным электрическим током в интервале температур 1200-1400°С. Обнаружено замедление кинетики разрастания микролунок при достижении ею критического латерального размера. Критический размер определяется началом зарождения вакансионных островков на дне микролунки. Предложена простая теоретическая модель, хорошо описывающая изменения латеральных размеров микролунки и учитывающая два кинетических режима — без зарождения и с зарождением вакансионных островков. Получены температурные зависимости частот сублимации с поверхности и зарождения вакансионных островков. На основе анализа полученных зависимостей определены энергии активации сублимации и зарождения вакансионных островков —  $3.9 \pm 0.1$  и  $4.1 \pm 0.1$  эВ соответственно.

Работа выполнена на оборудовании ЦКП "Наноструктуры", построение модели выполнено при поддержке Российского научного фонда (грант № 14-22-00143).

### Список литературы

- [1] А.В. Латышев, А.Л. Асеев. Моноатомные ступени на поверхности кремния (Новосибирск, Изд-во СО РАН, 2006).
- [2] Y. Homma, H. Hibino, T. Ogino. Phys. Rev. B, 58 (19), 146 (1998).
- [3] K.L. Man, A.B. Pang, M.S. Altman. Surf. Sci., 601 (20), 4669 (2007).
- [4] С.В. Ситников, С.С. Косолобов, А.В. Латышев. ФТП, 51 (2), 212 (2017).
- [5] S.V. Sitnikov, A.V. Latyshev, S.S. Kosolobov. J. Cryst. Growth, 457, 196 (2015).
- [6] H.C. Kan, T. Kwon, R.J. Phaneuf. Phys. Rev. B, 77, 205401 (2008).
- [7] T. Kwon, R.J. Phaneuf, H. Kan. Appl. Phys. Lett., 88, 071914 (2006).
- [8] K. Li, N. Pradeep, S. Chikkamaranahalli, G. Stan, R. Attota, J. Fu, R. Silver. J. Vac. Sci. Technol. B, Nanotechnol. Microelectron. Mater. Process. Meas. Phenomena, 29 (4), 41806 (2011).
- [9] K.-C. Chang, J.M. Blakely. Surf. Sci., 591 (1-3), 133 (2005).
- [10] H.-C. Jeong, E.D. Williams. Surf. Sci. Rep., 34 (6-8), 171 (1999).
- [11] T. Ogino, H. Hibino, Y. Homma. Crit. Rev. Solid State Mater. Sci., 24 (3), 227 (1999).
- [12] С.В. Ситников, С.С. Косолобов, Д.В. Щеголов, А.В. Латышев. Патент № 2453874 (2012).
- [13] C.A. Volkert, A.M. Minor. MRS Bulletin, 32, 389 (2007).
- [14] K. Takayanagi, Y. Tanishiro, M. Takahashi, S. Takahashi.
   J. Vac. Sci. Techn. A, 3 (3), 1502 (1985).
- [15] A. Pimpinelli, J. Villain. Physica A, **204** (1–4), 521 (1994).
- [16] Y. Homma, N. Aizawa, T. Ogino. Jpn. J. Appl. Phys., 35 (2), (1996).
- [17] Y. Homma, H. Hibino, T. Ogino, N. Aizawa. Phys. Rev. B, 55 (16), R10237 (1997).
- [18] S.V. Sitnikov, S.S. Kosolobov, A.V. Latyshev. Surf. Sci., 633, L1 (2015).
- [19] С.В. Ситников, С.С. Косолобов, А.В. Латышев. Вестн. НГУ, 11 (1), 94 (2016).
- [20] A.B. Pang, K.L. Man, M.S. Altman, T.J. Stasevich, F. Szalma, T.L. Einstein. Phys. Rev. B, 77 (11), 115424 (2008).
- [21] C. Alfonso, J.C. Heyraud, J.J. Metois. Surf. Sci. Lett., 291, 745 (1993).
- [22] J.M. Bermond, J.C. Heyraud, C. Alfonso. Surf. Sci., 331–333, 855 (1995).
- [23] Y. Fukaya, Y. Shigeta. Phys. Rev. Lett., 85 (34), 5150 (2000).
- [24] V. Ignatescu, J.M. Blakely. Surf. Sci., 601 (23), 5459 (2007).
- [25] J. Frenken, P. Maree, J. van der Veen. Phys. Rev. B, 34 (11), 7506 (1986).
- [26] G. Grubel, D. Gibbs, D. Zehner, D. Abernathy, A. Sandy, S. Mochrie. Surf. Sci., 287–288, 842 (1993).
- [27] B. Pluis, J. Frenken, J. van der Veen. Phys. Rev. Lett., 59 (23), 2678 (1987).

Редактор Г.А. Оганесян

## Micro-pits evolution on large terraces of Si(111) surface during high-temperature annealing

A.S. Petrov<sup>1</sup>, S.V. Sitnikov<sup>1</sup>, S.S. Kosolobov<sup>2</sup>, A.V. Latyshev<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup> Institute of Semiconductor Physics,
Siberian Branch of Russian Academy of Sciences,
630090 Novosibirsk, Russia
<sup>2</sup> Skolkovo Institute of Science and Technology,
143026 Moscow Region, Russia
<sup>3</sup> Novosibirsk State University,
630090 Novosibirsk, Russia

**Abstract** We have investigated *in situ* the morphological transformation of the Si(111) surfaces with micro-pits at large terraces during high-temperature annealing at  $T = 1200-1400^{\circ}$ C. Experimental observation of the micro-pits kinetic decay have been performed by means of ultrahigh vacuum reflection electron microscopy. Focused ion beam system have been used for micropits creation at Si(111) terraces of large size. We have found that kinetic of micro-pit decay processes is affected by two dimensional vacancy islands nucleation at the micro-pit bottom when the micropit reaches the critical lateral size. The simple theoretical model has been proposed for describing the changes of the lateral size of micro-pit. The temperature dependence of two-dimensional vacancy islands nucleation frequency at micro-pit bottom is found to be described by the activation energy of  $4.1 \pm 0.1$  eV.