

Tamaño de cristalito, microdeformación de la red e identificación de segregado mediante ImageJ en el sistema semiconductor $\text{Cd}_{0,67-y}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_y\text{Te}$ ($0,05 \leq y \leq 0,15$)

Crystallite size, lattice microstrain, and segregate identification using ImageJ in the $\text{Cd}_{0,67-y}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_y\text{Te}$ ($0,05 \leq y \leq 0,15$) semiconductor system

Villarreal, Manuel^{1*}; Pimentel, Jorge¹; Turatti, Agueda¹; Sherdien, Richard¹; Terán, Juan¹; Silva, Pedro²

¹Instituto de Matemática, Estatística e Física, Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande/RS, Brasil.

²Laboratorio de Física de la Materia Condensada, Centro de Física, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Caracas, Venezuela.

*mavu8473@gmail.com

Resumen

Se sintetizaron tres muestras del sistema semiconductor cuaternario $\text{Cd}_{0,67-y}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_y\text{Te}$ ($y = 0,05; 0,10; 0,15$) mediante la técnica de fusión directa de sus elementos constituyentes. El tamaño medio de cristalito y la microdeformación de la red se determinaron a partir de análisis de difracción de rayos X, empleando el método de Williamson–Hall. Los resultados evidencian un adecuado crecimiento cristalino y una buena calidad estructural, observándose una disminución del tamaño medio de cristalito con el incremento de la concentración de Cr. Las micrografías fueron obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido en modo de electrones retrodispersados. La eficiencia de la segmentación automática se evaluó utilizando el plugin Trainable WEKA Segmentation (TWS) integrado en ImageJ, mediante la métrica de exactitud, comparando los resultados con las zonas de segregación identificadas en mapas elementales obtenidos por espectroscopía de dispersión de energía. Los resultados muestran que el desempeño del método depende fuertemente de la topografía de la muestra, siendo más confiable en regiones planas y con buen contraste. Además, se presentan las proporciones segmentadas para cada muestra, lo que permite discutir las limitaciones y el potencial de la técnica en el análisis de materiales semiconductores complejos.

Palabras claves: difracción de rayos X, método de Williamson-Hall, tamaño de cristalito, microdeformación de la red, segmentación automática, ImageJ, análisis de micrografías.

Abstract

Three samples of the quaternary semiconductor system $\text{Cd}_{0,67-y}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_y\text{Te}$ ($y = 0.05, 0.10, 0.15$) were synthesized using the direct melting technique of their constituent elements. The average crystallite size and lattice microstrain were determined from X-ray diffraction analysis using the Williamson–Hall method. The results reveal adequate crystalline growth and good structural quality, showing a decrease in the average crystallite size with increasing Cr concentration. Micrographs were obtained by scanning electron microscopy in backscattered electron mode. The efficiency of the automatic segmentation was evaluated using the Trainable WEKA Segmentation (TWS) plugin integrated in ImageJ through the accuracy metric, comparing the results with segregation zones identified in elemental maps obtained by energy-dispersive spectroscopy. The results indicate that the performance of the method strongly depends on the sample topography, being more reliable in flat regions with good contrast. Additionally, the segmented proportions for each sample are presented, allowing the limitations and potential of the technique in the analysis of complex semiconductor materials to be discussed.

Keywords: X-ray diffraction, Williamson-Hall method, crystallite size, lattice microstrain, automatic segmentation, ImageJ, micrograph analysis.

1 Introducción

Los materiales semiconductores magnéticos (MSM) se obtienen a partir de semiconductores convencionales mediante la sustitución parcial de átomos no magnéticos en la subred catiónica por iones magnéticos, tales como cromo, hierro, manganeso y cobalto. Esta modificación estructural permite el control simultáneo de las propiedades electrónicas y magnéticas del material, lo que abre nuevas perspectivas para el desarrollo de dispositivos avanzados, incluyendo memorias no volátiles, circuitos lógicos basados en espín y dispositivos de estado sólido reconfigurables. En este contexto, el creciente interés científico y tecnológico en estos sistemas radica en la posibilidad de integrar funcionalidades electrónicas y magnéticas en un único material, ampliando su potencial en aplicaciones espintrónicas (Dietl, 2010; Villarreal et al., 2012, 2013; Wolf et al., 2001; Yoon et al., 2006).

En los últimos años, la investigación se ha orientado hacia sistemas cuaternarios codopados con metales de transición, donde combinaciones como Mn-Fe o Mn-Cr permiten un ajuste fino de las propiedades estructurales y magnéticas. Entre estos sistemas, el $\text{Cd}_{1-x-y}\text{Mn}_x\text{Cr}_y\text{Te}$ ha mostrado particular relevancia, reportándose temperaturas de Curie (T_c) de hasta 362 K para $x = 0,37$ e $y = 0,10$ (Hwang et al., 2013). En estos materiales, el comportamiento ferromagnético se atribuye a las interacciones de intercambio entre los iones magnéticos, siendo la concentración relativa de cada elemento un factor determinante en la temperatura de Curie y la magnetización (Hwang et al., 2013; Irie et al., 1995; Shen et al., 2009; Verma et al., 2022).

Desde el punto de vista estructural, estudios de difracción de rayos X han demostrado que el sistema $\text{Cd}_{1-x-y}\text{Mn}_x\text{Cr}_y\text{Te}$ cristaliza en estructura cúbica tipo blanda de zinc, con una disminución lineal del parámetro de red al incrementar la concentración de Cr, en concordancia con la ley de Vegard. Este comportamiento sugiere la incorporación sustitucional de Cr en la red huésped de CdTe (Hwang et al., 2013). Sin embargo, en muestras policristalinas se ha evidenciado la formación de fases secundarias, particularmente Cr_2Te_3 , cuya fracción aumenta con el contenido de Cr (Villarreal et al., 2026). Asimismo, el análisis microestructural mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) revela que el incremento de Cr induce variaciones significativas en la microestructura y en la composición local, favoreciendo procesos de segregación más pronunciados a mayores concentraciones.

No obstante, la interpretación visual de las micrografías MEB puede verse limitada por factores como la topografía de la muestra, efectos de sombreado, grietas, fracturas y superposición de fases, lo que dificulta la identificación precisa de heterogeneidades. En este sentido, las técnicas de segmentación de imágenes basadas en aprendizaje automático han emergido como herramientas robustas para la clasificación de regiones en función de patrones de textura, contraste y

morfología, mejorando la reproducibilidad y sensibilidad del análisis (Lormand et al., 2018; Mallick et al., 2016; Salum et al., 2022). Entre estas herramientas, el software ImageJ destaca por su amplia validación en la literatura y su versatilidad, gracias a la integración de múltiples *plugins*. En particular, el módulo Trainable WEKA Segmentation (TWS) constituye una técnica de aprendizaje supervisado para la clasificación de píxeles, basada en algoritmos como *Random Forest*. Aunque originalmente fue desarrollado para aplicaciones en bioimagen, su flexibilidad permite su adaptación a problemas de caracterización de materiales (Arganda-Carreiras et al., 2017).

Sin embargo, el carácter semiautomático del TWS implica la intervención del usuario en etapas como la selección de regiones de interés y la definición de clases, lo que puede introducir variabilidad en los resultados, especialmente en imágenes con morfologías complejas o bajo contraste. Por ello, resulta fundamental evaluar cuantitativamente su desempeño y establecer las condiciones en las que proporciona resultados confiables (Fan et al., 2012; Fan & Lee, 2015; Iglesias, 2017; Kim et al., 2016).

Por otra parte, es importante distinguir entre el tamaño de cristalito y el tamaño de grano. Mientras que el tamaño de grano observado por MEB puede incluir múltiples dominios cristalinos, el tamaño de cristalito corresponde a regiones coherentes de difracción y se determina a partir de técnicas como la difracción de rayos X. Métodos como Scherrer, Williamson-Hall y el refinamiento de Rietveld son ampliamente utilizados para este propósito.

En este contexto, el presente trabajo tiene como objetivo determinar el tamaño promedio de cristalito y la microdeformación de la red cristalina mediante el análisis de difracción de rayos X utilizando el método de Williamson-Hall, así como evaluar la eficacia del módulo Trainable WEKA Segmentation en la identificación de zonas segregadas en micrografías del sistema $\text{Cd}_{0,67-y}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_y\text{Te}$ ($0,05 \leq y \leq 0,15$). Asimismo, se analiza el desempeño del método frente a distintas morfologías y la influencia de factores como la topografía y la homogeneidad de las muestras sobre la confiabilidad de la segmentación, con el fin de delimitar los contextos más adecuados para su aplicación en el análisis microestructural.

2 Procedimiento Experimental

2.1 Síntesis de las muestras del sistema

Las muestras policristalinas de $\text{Cd}_{0,67-y}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_y\text{Te}$ fueron sintetizadas mediante la fusión directa de los elementos constituyentes en ampollas de cuarzo evacuadas y previamente sometidas a pirólisis, con el fin de evitar reacciones indeseadas entre el material y el recipiente de cuarzo. Estas ampollas fueron dispuestas verticalmente en un horno

resistivo y calentadas hasta alcanzar la completa liquefacción. Durante la fase líquida, las ampollas se agitaron periódicamente para favorecer la homogeneización del material, tal como se reporta en la referencia (Villarreal et al., 2026).

2.2 Determinación estructural. Difracción de rayos X

Para la caracterización estructural mediante difracción de rayos X (DRX), se pulverizaron mecánicamente en un mortero aproximadamente 100 mg de cada muestra hasta obtener un polvo fino y homogéneo. El material se depositó sobre un portamuestras de fondo cero, utilizando una fina capa de vaselina como agente fijador. Los patrones de DRX en polvo se registraron a temperatura ambiente, en modo de reflexión θ/θ , empleando un difractómetro EMPYREAN equipado con un tubo de cobre (radiación $\text{CuK}\alpha$ y $\text{CuK}\beta$: $\lambda_1 = 1,5406 \text{ \AA}$ y $\lambda_2 = 1,5444 \text{ \AA}$), operando a 40 kV y 40 mA. Las mediciones se realizaron en el rango de 10° a 90° en 2θ , con un paso de $0,02^\circ$ y un tiempo de conteo de 1 s por paso. El silicio se utilizó como patrón externo para la corrección instrumental. El análisis cuantitativo de los patrones de difracción se llevó a cabo mediante el método de Rietveld, lo que permitió obtener los parámetros estructurales y evaluar la calidad del ajuste.

Durante el análisis de los patrones de DRX, se observó un ensanchamiento de los picos de difracción. Este fenómeno puede originarse no solo por la contribución instrumental, sino también por efectos microestructurales intrínsecos al material, como el tamaño medio de cristalito y las deformaciones de la red cristalina. Para separar y cuantificar estas contribuciones, se aplicó el método de Williamson–Hall en su forma simplificada, asumiendo un ensanchamiento isotrópico, descrito por la ecuación:

$$\beta \cos(\theta) = (k\lambda/D) + 4\epsilon \sin(\theta) \quad (1)$$

donde β corresponde al ancho a media altura (FWHM) del pico de difracción, en radianes y corregido por el ensanchamiento instrumental; θ es el ángulo de Bragg (en radianes); k es el factor de forma ($\approx 0,9$); λ ($= 0,15406 \text{ nm}$) es la longitud de onda de la radiación incidente; D representa el tamaño medio de cristalito; y ϵ corresponde a la microdeformación (*strain*) de la red cristalina.

2.3 Análisis microestructural. Identificación de segregado usando ImageJ

La microestructura de las muestras fue investigada mediante un microscopio electrónico de barrido (MEB), modelo JEOL JSM-6610LV, operando con una tensión de aceleración de 15 kV. Asimismo, se realizaron análisis por espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS, por sus siglas en inglés: *Energy Dispersive Spectroscopy*). Dado que las muestras presentan carácter metálico, no fue necesario someterlas

a un proceso de metalización. El preparado consistió en la fijación de las muestras sobre *stubs* utilizados como soporte dentro de la cámara del microscopio.

En cada una de las tres muestras se obtuvieron micrografías con un aumento de 600 veces, empleando el modo de electrones retrodispersados (BEC, por sus siglas en inglés: *Backscattered Electron Composition*). El contraste observado en las micrografías resalta las variaciones en el número atómico de los elementos presentes. En este contexto, regiones con distinta apariencia, tales como granos dispersos a lo largo de la superficie, fueron seleccionadas para su análisis mediante EDS, junto con regiones homogéneas de la matriz cristalina. Este análisis permitió además la obtención de mapas elementales correspondientes a cada uno de los elementos químicos en las micrografías.

Las micrografías obtenidas presentan una resolución de 2560×1920 píxeles y fueron procesadas sin la aplicación de correcciones previas. El análisis de imágenes se realizó íntegramente en el software ImageJ, empleando el plugin TWS, accesible a través de la ruta Plugins $\rightarrow$ Segmentation $\rightarrow$ Trainable WEKA Segmentation. En cada micrografía, las regiones de interés fueron seleccionadas manualmente y clasificadas en dos clases: Clase 1, correspondiente a las zonas de segregación (regiones granuladas), y Clase 2, correspondiente a la matriz cristalina continua. Una vez completado el entrenamiento, el clasificador se aplicó a las tres micrografías, generando las respectivas máscaras de segmentación. Estas máscaras fueron convertidas a 8 bits (Image $\rightarrow$ Type $\rightarrow$ 8-bit) y posteriormente binarizadas (Process $\rightarrow$ Binary $\rightarrow$ Make Binary). En las imágenes resultantes, los píxeles blancos representan las zonas clasificadas como segregación de cromo, mientras que los píxeles negros corresponden a la matriz cristalina del material. Finalmente, las regiones segmentadas fueron cuantificadas mediante el comando Analyze $\rightarrow$ Analyze Particles, lo que permitió extraer parámetros como área total, área media, número de partículas y fracción superficial.

La validación de las segmentaciones se llevó a cabo mediante la comparación directa con los mapas elementales de cromo obtenidos por EDS, los cuales se utilizaron como referencia para evaluar la fidelidad del proceso de segmentación. Tanto las micrografías segmentadas como los mapas elementales fueron ajustados a la misma resolución mediante ImageJ y convertidos a formato binario. El desempeño de la segmentación realizada con TWS se evaluó utilizando la exactitud como métrica cuantitativa. A partir de la superposición de las imágenes binarizadas, se realizó el conteo de píxeles correcta e incorrectamente clasificados mediante el comando Image Calculator (Process $\rightarrow$ Image Calculator), empleando operaciones lógicas entre la imagen de referencia (mapa EDS) y la segmentación generada por TWS. Las operaciones utilizadas fueron AND, OR y Subtract, permitiendo identificar las

categorías de verdaderos positivos (VP), falsos positivos (FP), verdaderos negativos (VN) y falsos negativos (FN).

La operación AND se utilizó para determinar los verdaderos positivos (VP), es decir, los píxeles clasificados como presencia de Cr en ambas imágenes. Los falsos positivos (FP) se obtuvieron a partir de la intersección entre la imagen segmentada y la inversión del mapa elemental, representando regiones identificadas por TWS como ricas en Cr, pero no confirmadas por EDS. Los falsos negativos (FN) se determinaron mediante la intersección entre la inversión de la imagen segmentada y el mapa elemental, correspondiendo a regiones no identificadas por TWS, pero detectadas por EDS. Por último, los verdaderos negativos (VN) corresponden a las zonas donde ambas imágenes indican ausencia de Cr, pudiendo obtenerse directamente o como la diferencia entre el total de píxeles y la suma de VP, FP y FN.

El conteo de píxeles en cada categoría se realizó mediante el comando Measure (Analyze → Measure), configurado para cuantificar únicamente las áreas correspondientes a los píxeles blancos. Para garantizar la validez de la comparación, las imágenes fueron previamente alineadas y redimensionadas cuando fue necesario. El conteo de los píxeles resultantes de cada operación lógica se realizó mediante la herramienta Measure (Analyze → Measure), tras la generación de las imágenes intermedias. A partir de estos valores, fue posible calcular la exactitud (o precisión) según la ecuación:

$$\text{Exactitud} = (\text{VP} + \text{VN}) / (\text{VP} + \text{VN} + \text{FP} + \text{FN}) \quad (2)$$

que expresa la proporción de píxeles correctamente clasificados (VP y VN) con respecto al total de píxeles.

3 Discusión y Resultados

3.1 Tamaño de cristalito y microdeformación de la red

La Fig. 1 presenta el refinamiento Rietveld final para el sistema $\text{Cd}_{0,67-y}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_y\text{Te}$. Parte del análisis estructural de estos materiales ya ha sido reportado previamente (Villarreal et al., 2026), y se retoma aquí con fines de comparación y discusión de los resultados. Los refinamientos estructurales se realizaron utilizando 4000 puntos de intensidad y 15 reflexiones independientes, considerando un total de 26 parámetros instrumentales y cristalográficos, lo que condujo a índices de confiabilidad considerados excelentes. El análisis estructural reveló la presencia de dos fases cristalinas en los compuestos estudiados: una fase principal correspondiente a la estructura tipo blenda de zinc (grupo espacial F-43m, No. 216) y una fase secundaria asociada al compuesto binario Cr_2Te_3 .

De acuerdo con los resultados del refinamiento Rietveld, la fracción en peso de la fase secundaria aumenta con el

incremento de la concentración de Cr. Asimismo, se observa que la constante de red del sistema disminuye linealmente con el aumento de la concentración de Cr, en concordancia con la ley de Vegard, descrita por la relación $a = (6,432 - 0,219 y)$ Å. Este comportamiento sugiere que los iones de Cr sustituyen parcialmente los sitios de Cd en la red huésped de CdTe , al menos hasta una concentración del 15%.

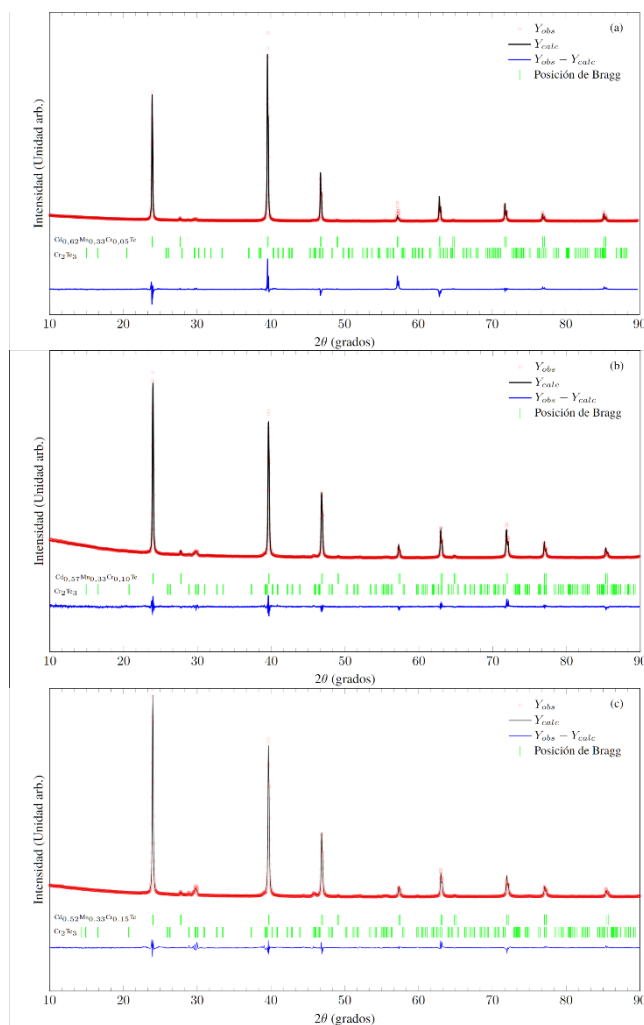


Fig. 1. Refinamiento Rietveld para el sistema $\text{Cd}_{0,67-y}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_y\text{Te}$: (a) $y = 0,05$; (b) $0,10$; (c) $0,15$.

Las Tablas 1 y 2 presentan los parámetros obtenidos a partir del análisis de los difractogramas para las muestras con $y = 0,05$; $y = 0,15$, respectivamente. En el caso de la composición con $y = 0,10$, el ajuste mediante el método de Williamson–Hall resultó estadísticamente no significativo, evidenciado por un valor reducido del χ^2 y una deficiente correlación lineal, lo que compromete la validez de los parámetros microestructurales estimados (tamaño de cristalito y microdeformación). En consecuencia, dichos resultados fueron descartados del análisis cuantitativo y no se incluyen. La muestra patrón (instrumental) empleada en las mediciones de

DRX fue el silicio. En la Tabla 3 se reportan los parámetros obtenidos del Silicio.

Tabla 1. Datos obtenidos para el compuesto $\text{Cd}_{0,62}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_{0,05}\text{Te}$.

hkl	θ (rad)	FWMH (rad)	β_{cor} (rad)	$\beta\cos(\theta)$	$4\text{sen}(\theta)$
200	0,24154	0,00164	0,00084	0,00081	0,95680
311	0,40789	0,00174	0,00105	0,00097	1,58668
400	0,49857	0,00182	0,00117	0,00103	1,91269
422	0,62602	0,00200	0,00135	0,00109	2,34368
333	0,67061	0,00209	0,00137	0,00108	2,48585

$\beta_{\text{cor}} = (\beta_{\text{obs}}^2 - \beta_{\text{inst}}^2)^{1/2}$; β_{obs} = FWMH de la muestra;
 β_{inst} = FWMH de la muestra patrón.

Tabla 2. Datos obtenidos para el compuesto $\text{Cd}_{0,52}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_{0,15}\text{Te}$.

hkl	θ (rad)	FWMH (rad)	β_{cor} (rad)	$\beta\cos(\theta)$	$4\text{sen}(\theta)$
200	0,24231	0,00209	0,00154	0,00150	0,95978
311	0,40923	0,00232	0,00186	0,00171	1,59161
400	0,50053	0,00544	0,00526	0,00462	1,91956
422	0,62827	0,00666	0,00649	0,00525	2,35098
333	0,67308	0,00706	0,00688	0,00538	2,49359

Tabla 3. Datos obtenidos para la muestra patrón (Si).

hkl	θ (rad)	FWMH (rad)
111	0,24819	0,00141
220	0,41277	0,00138
311	0,48974	0,00140
400	0,60327	0,00148
331	0,66593	0,00157

En la Fig. 2 se presentan los diagramas de Williamson–Hall para los compuestos analizados. A partir de la ecuación (1), se estimaron el tamaño medio de cristalito (D) y la microdeformación de red (ε) considerando el modelo de deformación uniforme. Para el compuesto $\text{Cd}_{0,62}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_{0,05}\text{Te}$ se obtuvieron: $D = 210$ nm y $\varepsilon = 1,8 \times 10^{-4}$, mientras que para $\text{Cd}_{0,52}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_{0,15}\text{Te}$ se determinaron: $D = 83$ nm y $\varepsilon = 2,9 \times 10^{-3}$. La reducción de D con el incremento del contenido de Cr sugiere un aumento en los mecanismos de ensanchamiento asociados a tamaño finito, así como una mayor contribución de tensiones internas, lo que limita la coherencia cristalina. Este comportamiento puede atribuirse a la incorporación sustitucional de Cr en la red tipo blanda de zinc del CdTe, generando campos de deformación locales debido a la diferencia de radios iónicos y a la consecuente distorsión de la celda unitaria. Asimismo, la presencia creciente de la fase secundaria Cr_2Te_3 (cuya fracción en peso aumenta de 0,15% a 2,78%) puede actuar como centros de nucleación

heterogénea o como barreras al crecimiento, favoreciendo la reducción del tamaño de los dominios coherentes de difracción.

En cuanto a la microdeformación, el incremento de ε con la concentración de Cr indica una mayor distribución de tensiones de red, asociada tanto a defectos puntuales (sustitucionales y vacancias) como a la interacción entre fases. No obstante, los valores obtenidos se mantienen dentro de un régimen bajo ($10^{-4} - 10^{-3}$), lo que sugiere que el sistema conserva un nivel moderado de desorden cristalino. En conjunto, el análisis W–H evidencia un compromiso entre tamaño de cristalito y microdeformación, coherente con los resultados de refinamiento estructural por DRX y consistente con un material policristalino de buena calidad estructural, aunque progresivamente afectado por la incorporación de Cr.

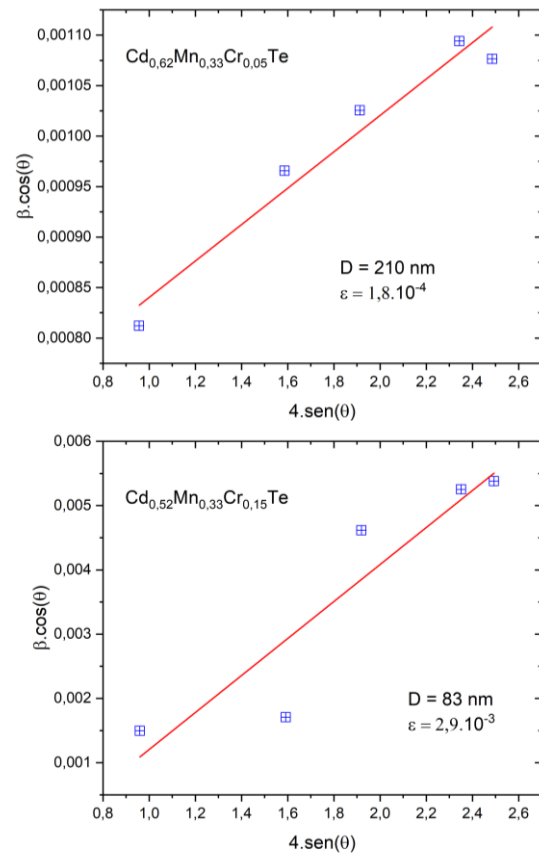


Fig. 2. Gráficos de Williamson–Hall para los compuestos $\text{Cd}_{0,62}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_{0,05}\text{Te}$ y $\text{Cd}_{0,52}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_{0,15}\text{Te}$.

3.2 Identificación de segregado mediante ImageJ

En las micrografías obtenidas por MEB en modo BSE, el contraste composicional está determinado por el coeficiente de retrodispersión electrónica (η), el cual depende aproximadamente del número atómico promedio ($\bar{Z}$) de las fases presentes. Así, regiones con mayor $\bar{Z}$ presentan mayor

rendimiento de electrones retrodispersados y se manifiestan con mayor intensidad (contraste brillante), mientras que regiones con menor $\bar{Z}$ aparecen más oscuras. Las imágenes, adquiridas a 600 veces en áreas seleccionadas aleatoriamente, permiten una evaluación representativa de la morfología y heterogeneidad composicional superficial. Las zonas de bajo contraste, excluyendo aquellas asociadas a contribuciones topográficas (efecto de inclinación local, bordes, microfracturas y escalonamientos), se asignan a segregaciones enriquecidas en Cr, en concordancia con la menor $\bar{Z}$ efectiva de dichas regiones en comparación con la matriz. Esta interpretación fue validada mediante análisis EDS puntual y mapeo elemental, evidenciando una mayor concentración de Cr en estas áreas, lo que sugiere la formación de fases secundarias tipo Cr_xTe_y (Villarreal et al., 2026).

En la Fig. 3a ($y = 0,05$), la microestructura presenta una topografía relativamente uniforme, con baja densidad de dominios de contraste oscuro, lo que indica una limitada segregación composicional. Sin embargo, la presencia de variaciones topográficas locales introduce contribuciones al contraste que pueden degradar la relación señal/ruido en procedimientos de segmentación automatizada. En la Fig. 3b ($y = 0,10$), se observa un incremento en la fracción areal de regiones oscuras, acompañado de una mayor complejidad topográfica, lo que genera una superposición entre contraste composicional y topográfico; este efecto es particularmente relevante en zonas próximas a defectos superficiales, dificultando la clasificación basada únicamente en intensidad. Finalmente, en la Fig. 3c ($y = 0,15$), se evidencia una elevada densidad de precipitados oscuros, distribuidos de manera más homogénea en la matriz, lo que es consistente con un aumento en la fracción volumétrica de fases secundarias ricas en Cr. A pesar de la mayor rugosidad superficial, el contraste Z es suficientemente pronunciado, permitiendo una discriminación más robusta entre fases. En este contexto, la segmentación mediante TWS se ve favorecida por la mayor separabilidad estadística de las clases en el espacio de características, mejorando la precisión en la cuantificación de las segregaciones.

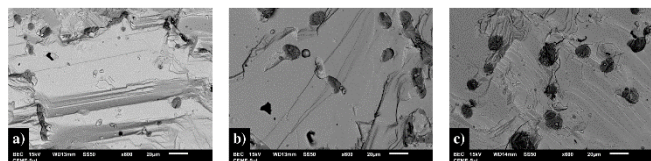


Fig. 3. Micrografías x600 obtenidas en modo BEC correspondientes a las tres muestras: (a) $y = 0,05$ (b) $0,10$ (c) $0,15$.

El análisis de las imágenes obtenidas en modo BEC evidencia una correlación directa entre el incremento de la concentración de cromo en la composición y el aumento tanto en la cantidad como en el tamaño de los segregados. Las regiones oscuras se vuelven progresivamente más numerosas y definidas a medida que aumenta el contenido de cromo. Mientras que la muestra con $y = 0,05$ presenta escasas zonas de

segregación, las muestras con $y = 0,10$ e $y = 0,15$ muestran una presencia significativamente mayor de estos segregados. Estos resultados cualitativos son coherentes con los datos obtenidos mediante EDS y serán analizados con mayor detalle a través de la segmentación por TWS y el estudio de los mapas elementales de cromo.

La Fig. 4a presenta la segmentación realizada en la muestra con $y = 0,05$, evidenciando una buena correspondencia visual con las zonas de segregación ricas en Cr, en concordancia con el mapa elemental (Fig. 4d). No obstante, se observan algunas limitaciones del algoritmo, particularmente en las regiones central e inferior de la imagen, donde marcas lineales (posiblemente originadas por microarañazos o estrías) fueron clasificadas erróneamente como zonas segregadas. Estos accidentes topográficos, que no presentan un incremento en la concentración de Cr, generan errores en la clasificación por TWS debido a su similitud textural con los segregados. En la muestra con $y = 0,10$ (Fig. 4b), además de la persistencia de pequeñas estructuras topográficas mal clasificadas, se observa una región oscura en el cuadrante inferior que fue segmentada como segregación, pero que no se corresponde con el mapa elemental de cromo (Fig. 4e). Esta área podría estar asociada a una sombra producida por una topografía más pronunciada o a la presencia de contaminantes residuales en la superficie. Dado que el TWS se basa en patrones de textura y contraste para realizar la segmentación, regiones oscuras con una distribución de píxeles similar a la de las verdaderas zonas de segregación pueden ser confundidas con estas.

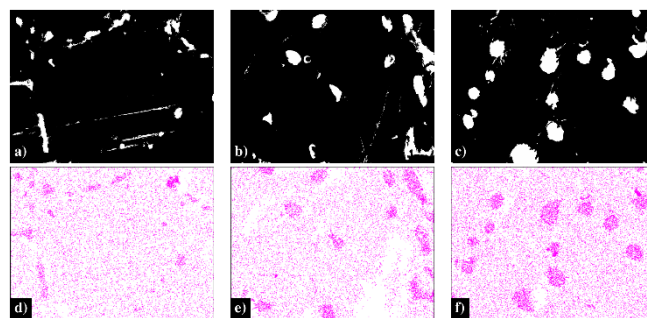


Fig. 4. Comparación entre las imágenes segmentadas por TWS (a, b, c) y los respectivos mapas elementales de Cr obtenidos por EDS (d, e, f) de las muestras analizadas.

Finalmente, la segmentación de la muestra con $y = 0,15$ (Fig. 4c) presenta una mayor concordancia con el mapa elemental (Fig. 4f). Aunque la superficie de la muestra contiene diversos accidentes topográficos, estos no generaron artefactos de contraste significativos, lo que favoreció el desempeño del algoritmo. La distribución de los precipitados segmentados coincide en su mayoría con las regiones de alta concentración de cromo, lo que indica un mejor rendimiento del TWS bajo estas condiciones.

Los valores de exactitud obtenidos para las tres muestras

analizadas fueron similares, situándose entre aproximadamente el 65% y el 70%, como se muestra en la Tabla 4. Esta proximidad indica que no existe una relación directa entre la exactitud y la concentración de cromo en las muestras, lo que sugiere que el desempeño del algoritmo TWS no depende de manera significativa de la variación composicional dentro del intervalo estudiado. En las muestras $y = 0,05$ e $0,10$, se observó que regiones asociadas a accidentes topográficos fueron clasificadas erróneamente como zonas de segregación, tal como se ilustra en las Fig. 4a y 4b. Este tipo de error probablemente contribuyó a la reducción de la exactitud, evidenciando que el método requiere superficies con una topografía más homogénea para lograr un mejor desempeño.

A pesar de que la exactitud no es elevada, el nivel alcanzado resulta suficiente para identificar tendencias generales, como la observación de que el incremento del coeficiente estequiométrico de cromo conduce a una mayor proporción de la superficie cubierta por zonas de segregación. En este sentido, el método se muestra adecuado para análisis comparativos y cualitativos del comportamiento morfológico. Sin embargo, esta precisión no es suficiente para la cuantificación exacta del área ocupada por las zonas segregadas ni para el cálculo individual del área de dichas regiones.

Tabla 4. Valores de exactitud obtenidos para cada muestra segmentada por TWS.

Muestra (y)	Exactitud (%)
0,05	64,6
0,10	64,9
0,15	69,5

Además, se observa que el aumento del coeficiente estequiométrico de cromo está asociado a un incremento progresivo de la fracción superficial ocupada por zonas de segregación. Esta tendencia confirma que el aumento en la concentración de Cr favorece la formación de regiones ricas en este elemento, evidenciando una característica inherente al proceso de síntesis de las muestras. La Tabla 5 presenta los valores porcentuales obtenidos mediante el análisis de imágenes en ImageJ, mostrando claramente la relación directa entre el incremento de la concentración de cromo y la expansión del área superficial ocupada por los precipitados.

Tabla 5. Porcentaje de la superficie ocupada por zonas de segregación para cada muestra.

Muestra (y)	Área ocupada por segregaciones (%)
0,05	4,2
0,10	6,4
0,15	8,7

Conclusiones

Se determinó el tamaño medio de cristalito y la deformación de la red para los compuestos cuaternarios $\text{Cd}_{0,62}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_{0,05}\text{Te}$ y $\text{Cd}_{0,52}\text{Mn}_{0,33}\text{Cr}_{0,15}\text{Te}$. Los resultados obtenidos mediante el método de Williamson–Hall indican un buen crecimiento cristalino y una adecuada calidad estructural de los materiales. Se observó que el incremento en la concentración de Cr promovió una disminución del tamaño medio de cristalito, efecto que puede estar asociado tanto a una mayor homogeneidad estructural como al aumento en la cantidad de fase secundaria (Cr_2Te_3) presente en los compuestos.

El método de segmentación supervisada basado en aprendizaje automático, implementado mediante el plugin Trainable WEKA Segmentation, demostró un notable potencial para el análisis de micrografías en modo BEC, permitiendo identificar y comparar tendencias relacionadas con la formación de zonas segregadas. Los resultados evidenciaron que el desempeño del algoritmo está fuertemente condicionado por la topografía de la muestra: en las dos primeras muestras, regiones asociadas a accidentes topográficos fueron clasificadas incorrectamente como segregaciones, lo que redujo la exactitud de las segmentaciones. En contraste, la tercera muestra, que presentaba un relieve más homogéneo y un buen contraste químico, mostró resultados más consistentes y una mayor correspondencia con los mapas elementales de cromo obtenidos por EDS. Los análisis cuantitativos indicaron una exactitud entre el 65 % y el 70 %, valor suficiente para identificar tendencias generales de variación morfológica, aunque insuficiente para mediciones métricas precisas de las áreas segregadas. Asimismo, se observó que el aumento de la concentración de Cr favorece la expansión de la fracción superficial ocupada por zonas de segregación.

Referencias

- Arganda-Carreras, I., Kaynig, V., Rueden, C., Eliceiri, K. W., Schindelin, J., Cardona, A., & Sebastian Seung, H. (2017). Trainable Weka Segmentation: A machine learning tool for microscopy pixel classification. *Bioinformatics*, 33(15), 2424–2426. <https://doi.org/10.1093/bioinformatics/btx180>
- Dietl, T. (2010). A ten-year perspective on dilute magnetic semiconductors and oxides. *Nature Materials*, 9(12), 965–974. <https://doi.org/10.1038/nmat2898>
- Fan, J., Wang, R., Li, S., & Zhang, C. (2012). Automated cervical cell image segmentation using level set based active contour model. *2012 12th International Conference on Control Automation Robotics & Vision (ICARCV)*, 877–882. <https://doi.org/10.1109/ICARCV.2012.6485273>
- Fan, M., & Lee, T. C. (2015). Variants of seeded region growing. *IET Image Processing*, 9(6), 478–485. <https://doi.org/10.1049/iet-ipr.2014.0490>

- Hwang, Y. H., Shen, S., Liu, X., Furdyna, J. K., Dobrowolska, M., & Um, Y. H. (2013). Room-temperature ferromagnetism in highly Cr-doped II-Mn-VI magnetic semiconductor $\text{Cd}_{1-x-y}\text{Mn}_x\text{Cr}_y\text{Te}$. *Physical Review B*, 88(7), 075205. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.88.075205>
- Iglesias, J. E. (2017). Globally Optimal Coupled Surfaces for Semi-automatic Segmentation of Medical Images. En M. Niethammer, M. Styner, S. Aylward, H. Zhu, I. Oguz, P.-T. Yap, & D. Shen (Eds.), *Information Processing in Medical Imaging* (pp. 610–621). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-59050-9_48
- Irie, Y., Sato, T., & Ohta, E. (1995). Observation of high-temperature spin-freezing behavior in $\text{Cd}_{1-x-y}\text{Mn}_x\text{Fe}_y\text{Te}$. *Physical Review B*, 51(19), 13084–13090. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.51.13084>
- Kim, Y. J., Lee, S. H., Park, C. M., & Kim, K. G. (2016). Evaluation of Semi-automatic Segmentation Methods for Persistent Ground Glass Nodules on Thin-Section CT Scans. *Healthcare Informatics Research*, 22(4), 305–315. <https://doi.org/10.4258/hir.2016.22.4.305>
- Lormand, C., Zellmer, G. F., Németh, K., Kilgour, G., Mead, S., Palmer, A. S., Sakamoto, N., Yurimoto, H., & Moebis, A. (2018). Weka Trainable Segmentation Plugin in ImageJ: A Semi-Automatic Tool Applied to Crystal Size Distributions of Microlites in Volcanic Rocks. *Microscopy and Microanalysis*, 24(6), 667–675. <https://doi.org/10.1017/S1431927618015428>
- Mallick, S., Kabir, M. S., & Sharif, A. (2016). Study on the properties of $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x$ high temperature solder alloys. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 27(4), 3608–3618. <https://doi.org/10.1007/s10854-015-4198-2>
- Salum, P., Güven, O., Aydemir, L. Y., & Erbay, Z. (2022). Microscopy-Assisted Digital Image Analysis with Trainable Weka Segmentation (TWS) for Emulsion Droplet Size Determination. *Coatings*, 12(3). <https://doi.org/10.3390/coatings12030364>
- Shen, S., Liu, X., Cho, Y. J., Furdyna, J. K., Dobrowolska, M., Hwang, Y. H., & Um, Y. H. (2009). Ferromagnetic behavior of CdMnCrTe quaternary system. *Applied Physics Letters*, 94(14), 142507. <https://doi.org/10.1063/1.3114423>
- Verma, V. K., Sakamoto, S., Ishikawa, K., Singh, V. R., Ishigami, K., Shibata, G., Kadono, T., Koide, T., Kuroda, S., & Fujimori, A. (2022). Cr doping-induced ferromagnetism in the spin-glass $\text{Cd}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Te}$ studied by x-ray magnetic circular dichroism. *Physica B: Condensed Matter*, 642, 414129. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2022.414129>
- Villarreal, M. A., Grima, P. J., Briceño, J. R., Lobo, H. E., Rosario, J. R., Díaz, J. C. & Gutiérrez, G. M. (2012). Una introducción a la Espintrónica. *Academia*, 11(21), 43–58. <http://revistas.saber.ula.ve/index.php/academia/article/view/6110>
- Villarreal, M. A., Grima, P., Quintero, M., Moreno, E., Fernández, J., Silva, P., & Villegas, J. (2013). Propiedades magnéticas del sistema de aleaciones $\text{CuAl}_{1-x}\text{Cr}_x\text{S}_2$ ($x = 0.50, 0.75$). *Revista mexicana de física*, 59(6), 521–526. http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_abstract&pid=S0035-001X2013000600004&lng=es&nrm=iso&tlng=es
- Villarreal, M. A., Turatti, A. M., Pimentel, J. L., Scherdien, R. N., Terán, J. C., Silva, P., Martinez, M. A. R., & Mantilla, J. C. (2026). Crystalline and Microstructural Properties of $\text{Cd}_{1-x-y}\text{Mn}_x\text{Cr}_y\text{Te}$ Semiconductor System ($x = 0.33$ and $0.05 \leq y \leq 0.15$). *physica status solidi (a)*, 223(3), e202500574. <https://doi.org/10.1002/pssa.202500574>
- Wolf, S. A., Awschalom, D. D., Buhrman, R. A., Daughton, J. M., Von Molnár, S., Roukes, M. L., Chtchelkanova, A. Y., & Treger, D. M. (2001). Spintronics: A Spin-Based Electronics Vision for the Future. *Science*, 294(5546), 1488–1495. <https://doi.org/10.1126/science.1065389>
- Yoon, I. T., Kang, T. W., & Kim, D. J. (2006). Analysis of magnetic field dependent mobility in ferromagnetic $\text{Ga}_{1-x}\text{Mn}_x\text{As}$ layers. *Solid State Communications*, 137(3), 171–176. <https://doi.org/10.1016/j.ssc.2005.10.004>

Recibido: 22 de abril de 2026

Aceptado: 30 de junio de 2026

Villarreal, Manuel: Doctor en Química Aplicada. Profesor Titular de la Universidad de Los Andes (ULA), Venezuela. Su investigación se centra en el estudio de nuevos materiales semiconductores, abarcando su síntesis y caracterización mediante técnicas como difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido. Asimismo, investiga las propiedades magnéticas, eléctricas, térmicas y ópticas de sistemas semiconductores.

 <https://orcid.org/0000-0002-3863-4856>

Pimentel, Jorge: Doctor en Física. Profesor Asociado de la Universidade Federal do Rio Grande, Instituto de Matemática, Estatística y Física (FURG-IMEF), Brasil. Cuenta con experiencia en el área de la física de la materia condensada, con énfasis en superconductividad y magnetismo.

Correo electrónico: jlpimenteljr@gmail.com

 <https://orcid.org/0000-0003-0968-0834>

Turatti, Agueda: Doctora en Ciencia de Materiales. Profesora Asociada de la Universidade Federal do Rio Grande, Instituto de Matemática, Estatística y Física (FURG-IMEF),

Brasil. Cuenta con experiencia en el área de la física de la materia condensada, con énfasis en cerámicos y metales, así como en diversas técnicas de análisis y caracterización de materiales: difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido y de transmisión, ensayos de dureza Vickers y pruebas de desgaste abrasivo.

Correo electrónico: aguedaturatti@gmail.com

 <https://orcid.org/0000-0002-4732-8244>

Scherdien, Richard: *Magister en Física. Técnico del Laboratorio de Física del Instituto de Matemática, Estadística y Física, Universidade Federal do Rio Grande (FURG-IMEF), Brasil. Su trabajo se centra en el estudio de nuevos materiales semiconductores, con énfasis en microscopía electrónica de barrido.*

Correo electrónico: richardscherdien@furg.br

 <https://orcid.org/0009-0008-9889-1900>

Terán, Juan: *Doctor en Ciencias de la Educación. Profesor Visitante de la Universidade Federal do Rio Grande (FURG-IMEF), Brasil. Cuenta con experiencia docente en el área de la física moderna, con énfasis en métodos y técnicas de enseñanza. Sus principales líneas de trabajo incluyen el pensamiento complejo, la bibliometría, la teoría de la relatividad, el espacio-tiempo, los semiconductores, la física computacional y la interdisciplinariedad.*

Correo electrónico: juanfisico23@gmail.com

 <https://orcid.org/0000-0001-9384-2247>

Silva, Pedro: *Doctor en Física. Es investigador en el Laboratorio de Física de la Materia Condensada del Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Venezuela. Su área de investigación se centra en las propiedades eléctricas y magnéticas de la materia, con énfasis en la resonancia de espín electrónico.*

Correo electrónico: pejosi@gmail.com

 <https://orcid.org/0000-0002-6409-8735>

