

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad Intelectual  
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional  
30 de enero de 2020 (30.01.2020)

(10) Número de publicación internacional  
**WO 2020/021153 A1**

(51) Clasificación internacional de patentes:  
*B82Y 15/00* (2011.01) *B82Y 20/00* (2011.01)

(21) Número de la solicitud internacional:  
PCT/ES2019/070531

(22) Fecha de presentación internacional:  
26 de julio de 2019 (26.07.2019)

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(30) Datos relativos a la prioridad:  
P201830767 26 de julio de 2018 (26.07.2018) ES

(71) Solicitante: **CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS** [ES/ES]; C/ Serrano, 117, 28006 Madrid (ES).

(72) Inventores: **BLANCO MONTES, Álvaro**; INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE MADRID (ICMM), C/ Sor Juana Ines De La Cruz,3, Campus Cantoblanco UAM, 28049 Madrid (ES). **FERNÁNDEZ MORALES, Miguel Ángel**; INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE MADRID (ICMM), C/ Sor Juana Ines De La Cruz,3, Campus Cantoblanco UAM, 28049 Madrid (ES). **GALLEGO GÓMEZ, Francisco**; INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE MADRID (ICMM), C/ Sor Juana Ines De La Cruz,3, Campus Cantoblanco UAM, 28049 Madrid (ES). **LÓPEZ FERNÁNDEZ, Ceferino**; INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE MADRID (ICMM), C/ Sor Juana Ines De La Cruz,3, Campus Cantoblanco UAM, 28049 Madrid (ES).

(74) Mandatario: **PONS ARIÑO, Ángel**; Glorieta de Rubén Darío, 4, 28010 Madrid (ES).

(54) Title: MOISTURE SENSOR

(54) Título: SENSOR DE HUMEDAD

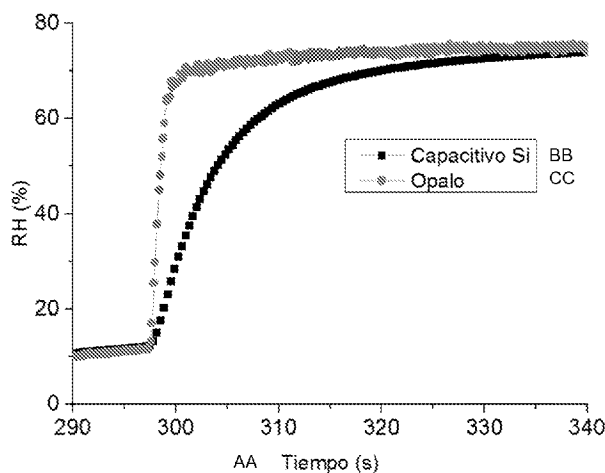


Figura 1

AA Time (s)  
BB Capacitive Si  
CC Opal

(57) **Abstract:** The invention relates to a moisture sensor based on the optical response of an artificial opal to water adsorption. The basic design only needs to read the Bragg diffraction band (its intensity at a predetermined wavelength or its position) of an artificial opal whose manufacture does not require any post-processing (surface functionalisation, infiltration, curing, etc.). The sensor responds directly to the adsorption of water molecules on the opal and therefore does not require intermediate phenomena (such as imbibition, hydration expansion, chemical reactions, etc.). Optionally, controlling the hydrophilicity, porosity, periodicity or fill fraction of the opal makes it possible to adjust the sensitivity of the sensor and/or Bragg peak reading frame. The responsive element (opal) is wireless, can be miniaturised to a few cubic microns and has a response time of typically less than one second.

(57) **Resumen:** Sensor de humedad basado en la respuesta óptica de un ópalo artificial a la adsorción de agua. El diseño básico precisa únicamente de la lectura de la banda de difracción Bragg (su intensidad a una longitud de onda preestablecida o su posición) de un



WO 2020/021153 A1

**(81) Estados designados** (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible*): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

**(84) Estados designados** (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europea (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Publicada:**

— *con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))*

---

ópalo artificial cuya fabricación no necesita de ningún post-procesamiento (funcionalización de superficies, infiltración, curado, etc.). El sensor responde directamente a la adsorción de moléculas de agua en el ópalo y no requiere, por tanto, de fenómenos intermedios (tales como imbibición, dilatación por hidratación, reacciones químicas, etc.). Opcionalmente, el control de la hidrofiliicidad, porosidad, periodicidad o fracción de llenado del ópalo permite ajustar la sensibilidad del sensor y/o región de lectura del pico Bragg. El elemento responsivo (el ópalo) es inalámbrico, miniaturizable a pocas micras cúbicas y su tiempo de respuesta es típicamente inferior a un segundo.

## SENSOR DE HUMEDAD

### DESCRIPCIÓN

#### 5 OBJETO DE LA INVENCION

El objeto de la invención se enmarca en el campo técnico de la física.

Más concretamente, el objeto de la invención va dirigido a un sensor de humedad que  
10 hace uso de medios ópticos para determinar y/o cuantificar el grado de humedad en el entorno en el que se encuentra.

#### ANTECEDENTES DE LA INVENCION

15 Primeramente, se tiene que un cristal fotónico es un material en el que existe una modulación periódica del índice de refracción en una, dos o las tres direcciones del espacio; de tal manera que una vez que una radiación electromagnética es emitida desde su interior o incide en su superficie, la interferencia que se produce entre las distintas ondas reflejadas en cada interfaz entre los medios de diferente índice de  
20 refracción da lugar a que ciertos rangos de frecuencias no puedan transmitirse en el cristal; dichos rangos de frecuencias que no pueden transmitirse, más concretamente, lo intervalos de energía relacionados con los mismos se denominan gaps fotónicos. El valor de las constantes dieléctricas de los componentes del cristal fotónico y el periodo espacial de su variación determinan la posición y anchura de estos gaps; teniendo que  
25 en un cristal fotónico tridimensional los gaps se encuentran asociados a cada dirección de propagación.

Por otra parte, la humedad relativa es, junto a la temperatura, la magnitud física más frecuentemente medida hoy en día. El interés por la monitorización y el control de la  
30 humedad es tan extensivo y atañe a tanta variedad de propósitos, que ha generado un gran número de métodos de transducción diferentes. Los transductores más comunes actualmente son de tipo MEM (*MicroElectroMechanical*). Entre los MEMS, los de tipo capacitivo están reemplazando a los resistivos dadas sus mejores prestaciones. Los sensores capacitivos típicamente basan su respuesta en la intrusión del aire en un  
35 polímero del sensor y en el cambio en la capacidad del sistema que éste produce, siendo el proceso de transducción en la escala de la decena de segundos siendo

además sensibles a radiaciones electromagnéticas y no permitiendo realizar medidas a distancia.

De este tipo de sensores de humedad existen multitud de subtipos basados en distintas propiedades físicas, como condensación en un espejo (*chilled mirrors*), hidratación de polímeros, variación optomecánica de redes, etc. cuyos tiempos de respuesta se extienden típicamente de varios segundos a minutos. Otros sensores ópticos de arquitecturas complejas (interferometría en fibras fotónicas, tecnologías de inducción de acoplamiento lateral, resonancia plasmónica de superficie, etc.) pueden poseer tiempos de respuesta en torno al segundo o menores, pero son de fabricación e implementación costosas y requieren instrumentación avanzada.

La determinación de niveles de humedad es de vital importancia en algunos entornos que requieren un control minucioso de las condiciones de trabajo.

En *Mathew, J. et al Humidity sensor based on photonic crystal fibre interferometer Electronics Letters, vol. 46, no. 19, pp. 1341–1343, 2010*, se detalla un dispositivo sensor para la humedad que permite prescindir del uso de cualquier material higroscópico estando el mismo basado en un interferómetro basado en una fibra de cristal fotónico que funciona en modo de reflexión y que está fabricado en un material basado en Si; el sensor descrito funciona en modo reflexión y permite llevar a cabo medidas de humedad relativa.

Por otra parte, el documento WO2007027792A2 detalla un método y un aparato de detección de humedad que utilizan un material fotónico multicapa con estructuras que presenta hueco fotónico. Dicha estructura presenta una serie de gaps fotónicos que se forman en el espectro de reflexión a partir de la alternancia de capas de materiales de índice distinto de refracción las cuales pueden depositarse o disponerse sobre un sustrato ópticamente transparente o una cara reflectante de un prisma. Mediante esta disposición, la luz dirigida hacia el prisma es dirigida a la estructura multicapa y reflejada desde el prisma, donde es capturada y analizada. Asimismo, en WO2007027792A2 se describen configuraciones del sensor en las que se mantiene la longitud de onda o el ángulo de acoplamiento fijados, mientras que monitorean el cambio en el otro parámetro.

El documento JP2008232925 detalla un sensor de índice de refracción y un aparato de medición de índice de refracción que permite reducir el número de componentes y

reducir el coste en el sensor de índice de refracción dado que emplea un cristal fotónico; así mismo se detalla el aparato de medición de índice de refracción que tiene dicho sensor de índice de refracción. El sensor de índice de refracción, está formado por una colección (matriz) de cristales fotónicos 2D (resonadores) en los que se hace incidir radiación láser. La variación espectral de cada resonador depende del cambio en el índice de refracción. El aparato de medición de índice de refracción descrito en JP2008232925 comprende el citado sensor de índice de refracción, un medio de formación de imágenes para capturar una imagen de la matriz que incluye una imagen de campo visual cercano del resonador y unos medios de medición para determinar la variación de la imagen generada por el dispositivo de formación de imágenes y a partir de ahí poder llevar a cabo una medición del índice de refracción del medio a medir a partir de esta variación de imagen, estando el sensor descrito basado en la emisión de luz de un cristal fotónico bidimensional de Si que sólo funciona en el espectro infrarrojo.

15

## DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

El objeto de la invención es un sensor de humedad, el cual está basado en un elemento responsivo basado en un cristal fotónico cuyo material dieléctrico contiene huecos intersticiales que están llenos de aire, estando dicho cristal fotónico preferiblemente basado en un ópalo artificial. Los ópalos artificiales son ordenaciones periódicas tridimensionales de esferas dieléctricas de tamaños y composiciones variadas. Su respuesta a la radiación electromagnética depende de la ordenación de estas esferas, su tamaño y su composición, pudiendo ser dicha respuesta escalada en función de dichos parámetros (y ser, por este motivo, extensible a cualquier rango electromagnético). Se conoce como ópalos inversos a las estructuras resultantes de rellenar los huecos entre esferas con algún otro material y eliminar dichas esferas. Las posibles variaciones estructurales (ordenaciones en dos dimensiones, o en 1 dimensión), aunque ya no se las llama comúnmente ópalos, sus propiedades ópticas y sus repuestas electromagnéticas son en esencia similares a las tridimensionales.

20  
25  
30

El sensor aquí descrito se basa en el efecto de transducción óptica y permite medir humedad por mediante el análisis de la respuesta óptica para obtener así el valor de la intensidad de luz en longitudes de onda de los flancos del gap fotónico (a partir de

ahora, pico de difracción Bragg o simplemente pico Bragg) donde la variación de la intensidad con la humedad se maximiza.

Dado que el sensor de humedad aquí descrito se basa en medidas ópticas, la  
5 detección y posible cuantificación de la humedad se lleva a cabo de manera  
inalámbrica, lo cual hace que el sensor objeto de la invención y su eventual  
implementación sean inmunes a ruido radioeléctrico, asimismo el sensor objeto de la  
invención provee detecciones con unos tiempos de respuesta por debajo de un  
segundo dado que elemento responsivo (un ópalo artificial) es inalámbrico,  
10 miniaturizable a pocas micras cúbicas y su tiempo de respuesta es típicamente inferior  
a un segundo.

Tal y como se ha indicado, el sensor de humedad objeto de la invención se basa en  
respuesta óptica a la adsorción de agua de un cristal fotónico, más concretamente de  
15 ópalo artificial a la adsorción de agua. En diseño básico del mismo se precisa  
únicamente de la lectura del pico Bragg (su intensidad a una longitud de onda  
preestablecida o su posición) de un ópalo artificial cuya fabricación no necesita de  
ningún post-procesamiento (funcionalización de superficies, infiltración, curado, etc.)  
de esta manera el sensor de humedad responde directamente a la adsorción de  
20 moléculas de agua en el ópalo artificial y no requiere, por tanto, de fenómenos  
intermedios (tales como imbibición, dilatación por hidratación, reacciones químicas,  
etc.).

Opcionalmente, mediante control de la hidrofiliidad, porosidad, periodicidad o fracción  
25 de llenado del ópalo se puede ajustar la sensibilidad del sensor y/o región de lectura  
del pico Bragg.

En una realización del objeto de la invención se tiene un sensor óptico de humedad  
con transducción basada en la lectura de una cualidad distintiva del pico Bragg (en  
30 adelante, pico Bragg) exhibida por un ópalo artificial.

El sensor de humedad aquí descrito objeto de la invención se compone principalmente  
de los siguientes elementos:

- Un elemento responsivo, como puede ser un ópalo artificial (o cristal coloidal), que es un tipo de cristal fotónico que comprende esferas de material hidrófilo monodispersas autoensambladas entre las cuales se definen huecos intersticiales que están llenos de aire. Las esferas de pueden ser de sílice u  
5 otro material similar. El cristal fotónico, en una realización preferente del sensor de humedad aquí descrito, tiene un nivel de reflectancia del pico Bragg igual a superior a 80% y no requiere procesamiento alguno posterior a su fabricación.
- Una fuente de luz que ilumina el ópalo para examinar su respuesta óptica. Tal fuente puede consistir en emisores LED de bajo consumo.
- 10 • Un transductor de la respuesta óptica a señal eléctrica, ya sea analógico o digital.

Dado que la respuesta del ópalo artificial a la humedad requiere únicamente de adsorción/desorción de moléculas de agua en su superficie, el sensor de humedad  
15 objeto de la invención supera en tiempo de respuesta a los sensores existentes de uso habitual, cuya respuesta involucra necesariamente algún fenómeno intermedio. Así, por ejemplo, el tiempo de respuesta en tales sensores viene determinada por la velocidad de cambio de capacitancia de un polímero (como en los sensores capacitivos) o de tamaño (como en dispositivos ópticos basados en hidrogeles). En  
20 tales casos, los tiempos de respuestas van desde varios segundos a minutos. En última instancia, tal diferenciación en el principio físico del sensor de humedad objeto de la invención redundará en que un aumento de su sensibilidad sí que se vea afectada la rapidez en la respuesta. Esto supone una ventaja radical con respecto al comportamiento de los sensores de humedad existentes, que comúnmente exhiben  
25 una relación inversa entre la sensibilidad y la rapidez de respuesta del sensor.

El objeto de la invención exhibe una alta sensibilidad (que denominamos como valor "S" que se define como la variación normalizada de la reflectancia, en porcentaje, dividida por la variación de la humedad relativa, en porcentaje, que describe cuánto  
30 varía la magnitud monitorizada por unidad de RH.

Midiendo la reflectancia a una longitud de onda situada en uno de los flancos del pico de Bragg, la respuesta del ópalo a cambios de humedad es más sensible (muestra un valor de S mayor). Esta longitud de onda es asimismo  
35 seleccionable en función de la disponibilidad de la fuente de luz correspondiente. Al

ser el pico de Bragg mucho más definido que en otros sistemas conocidos en el arte previo (reflectores de multicapas, cristales fotónicos de dos dimensiones, cristales fotónicos de tres dimensiones infiltrados por hidrogeles, etc.), la sensibilidad del objeto de la invención es significativamente mayor. Dado que  $S$  se define como la variación normalizada de la reflectancia (en %) dividida por la variación de la humedad relativa (en %), un ópalo de esferas de sílice de 370 nm exhibe un valor aproximado de  $S=30$  en el rango de humedades bajas (0-20% RH). En los mejores sensores de humedad basados en respuesta fotónica se han reportado valores de  $S$  en el rango 0.5-15.

10 La naturaleza del ópalo artificial, compuesto de materiales típicamente resistentes y muy inertes, y de su respuesta óptica otorgan al sensor de humedad una gran robustez y durabilidad, y lo hace apto para su uso en todo tipo de ámbitos, incluso en aquellos de alta radiación electromagnética, nuclear, gran corrosión, etc.

15 Como alternativas al ópalo artificial descrito, el cristal fotónico que actúa como elemento responsivo utilizado puede consistir en un cristal fotónico tipo ópalo inverso, resultante de la infiltración de los intersticios entre las esferas del ópalo y la posterior eliminación selectiva de las esferas, u otras estructuras similares autoensambladas de dimensionalidad inferior (monocas, bicapas, etc).

20

## DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica de la misma, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un juego de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

Figura 1.- Muestra una gráfica donde se aprecia una lectura de humedad relativa (RH) realizada por el sensor objeto de la invención durante una variación de 10 a 70% RH

Figura 2.- Muestra una gráfica donde se aprecia una lectura de humedad relativa (RH) realizada por el sensor objeto de la invención durante una variación de 70 a 10% RH.



Figura 3.- Muestra una gráfica donde se aprecia la sensibilidad a corrientes húmedas muy rápidas sobre la superficie

### REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION

5

En una realización preferente del objeto de la invención se tiene un sensor de humedad basado en un elemento responsivo que comprende un cristal fotónico, el cual a su vez comprende esferas monodispersas autoensambladas de material hidrófilo, como puede ser un material basado en Sílice, una fuente de luz que ilumina el cristal fotónico para examinar su respuesta óptica, como puede ser una fuente de luz basada en emisores LED de bajo consumo cuya longitud de onda de la fuente de luz preferentemente se solapa con el pico de Bragg del elemento responsivo y un transductor de la respuesta óptica a señal, señal que puede ser analógica eléctrica o digital.

15

El sensor de humedad objeto de la presente invención se basa en la dependencia de la respuesta óptica del cristal fotónico con la humedad relativa del entorno. La sensibilidad y rapidez de variación de la respuesta óptica ante un cambio de humedad redundan en un sensor de humedad muy sensible y ultrarrápido. Como elemento responsivo, las características del cristal fotónico (su fabricación, rango de aplicación, sensibilidad a la humedad, etc.) determinan las cualidades distintivas del sensor, para este ejemplo de realización preferente de la invención y con carácter no limitativo se hace uso de un ópalo artificial, que puede ser tanto directo como inverso, como cristal fotónico del elemento responsivo

25

La longitud de onda en la que aparece el pico Bragg depende, además de la humedad relativa del aire, del tamaño y composición de las esferas constituyentes. La fácil disponibilidad de una amplia gama de tipos de esferas monodispersas (de pocos nanómetros a muchas micras, compactas o porosas, de óxidos, polímeros, etc.) permite una gran versatilidad en la selección del rango de detección del pico Bragg (en función, por ejemplo, de la fuente de luz o, por extensión, cualquier onda electromagnética elegida). La posición del pico Bragg se puede estimar muy aproximadamente por la sencilla ecuación de Bragg (de ahí su nombre):  $\lambda = 2 \cdot n \cdot d$  (siendo  $n$  el índice de refracción promedio de la estructura, fácilmente calculable, y  $d$  la periodicidad, que depende solamente del tamaño de esfera elegida,  $D$ , de la forma

35

$d=0.816 \cdot D$ ). Esta sencilla relación nos permite sintonizar la respuesta del sensor sin más que variar el diámetro de la esfera constituyente.

Así, en una realización preferente del sensor de humedad objeto de la invención el  
5 cristal fotónico es un ópalo artificial. La aparición del pico Bragg de alta reflectancia en un ópalo artificial sólo requiere un área lateral de unas pocas periodicidades (cada una de ellas determinada por el diámetro de las esferas) y un espesor de unas quince capas de esferas. Así, por ejemplo, si se requiere un pico Bragg en el espectro visible (400-700 nm), el ópalo artificial deberá consistir en esferas de  $\sim 250$ - $350$  nm (por la  
10 ecuación de Bragg descrita arriba,  $2 \cdot 1.3 \cdot 0.816 \cdot 300 = 636$ , aproximadamente la longitud de onda del láser de He-Ne, rojo), de modo que la extensión mínima del elemento responsivo será de  $\sim 15 \mu\text{m}^2$  y un espesor de  $\sim 4 \mu\text{m}$ . Esta cualidad permite una alta miniaturización del sensor de humedad.

15 La capacidad del sensor de humedad para detectar la humedad viene dada por cómo afecta ésta a la óptica del ópalo. El principio físico radica en que la humedad del aire circundante, que también llena los intersticios del ópalo, determina el número de moléculas de agua adsorbidas sobre las superficies del ópalo (tanto internas como externas). La cantidad de agua en fase líquida determina el índice de refracción en los  
20 intersticios del agua y, consiguientemente, la posición e intensidad del pico Bragg. Conocidos el tamaño e índice de refracción de las esferas, el pico Bragg viene determinado por el agua adsorbida y, por tanto, está correlacionado con alta precisión con la humedad del entorno.

25 La sensibilidad de la respuesta óptica del sensor a la humedad viene dada por la hidrofiliidad del ópalo: a mayor hidrofiliidad, mayor agua adsorbida (para cualquier valor de la humedad) y mayor dependencia del pico Bragg con la humedad ambiente. Por ello, los materiales a utilizar para fabricar el ópalo serán fundamentalmente óxidos como la sílice ( $\text{SiO}_2$ ), alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), zircona, ( $\text{ZnO}$ ), etc. Incluso en el caso de  
30 disponer de ópalos de polímero (significativamente hidrófobos), podría aumentarse su sensibilidad mediante recubrimiento de material hidrófilo (por ej., óxidos) mediante técnicas conocidas como deposición por capas atómicas (ALD) o deposición química en fase vapor (CVD). Inversamente, si se quisiera reducir la sensibilidad del ópalo, podría reducirse la hidrofiliidad del material. En el caso de la sílice, por ejemplo, la  
35 concentración de silanoles, grupos químicos que determinan la afinidad del material al

agua, en la superficie de las esferas es fácilmente ajustable por distintos procesos térmicos.

Por otra parte, la sensibilidad con la humedad puede aumentar si, junto al fenómeno  
5 de adsorción concurre el de condensación capilar. Ésta última aparece cuando el tamaño de poro es suficientemente pequeño para un rango de humedad determinado. Así, una estrategia para aumentar la sensibilidad, por ejemplo, en el rango de muy baja RH ( $< 1\%$ ) es utilizar un ópalo formado por esferas microporosas (con poros de diámetros inferiores a 2 nm). De este modo, además de mantener la sensibilidad a la  
10 humedad en el resto de rango, la aparición de condensación capilar en los microporos en el rango 0-1% RH ocasiona un cambio abrupto en el índice de refracción de la esfera e induce una respuesta óptica del ópalo mucho más acusada. Si se requiriera una sensibilidad aumentada en un intervalo determinado del rango de humedad, podrían utilizarse ópalos formados por esferas mesoporosas (de tamaño de poro  
15 seleccionable), como por ejemplo de Carbono.

La rapidez de la respuesta del sensor objeto de la invención viene determinada fundamentalmente por la velocidad de respuesta óptica del ópalo. Dado el principio físico de este sensor, la respuesta del ópalo artificial frente a cambios en la humedad  
20 ambiente depende directamente de la dinámica de adsorción/desorción de moléculas de agua en los intersticios del ópalo artificial, la cual ocasiona instantáneamente el cambio de índice de refracción y, consiguientemente, el pico Bragg. Por ende, la respuesta del ópalo artificial viene delimitada por el proceso de difusión del aire desde el exterior del ópalo artificial a sus intersticios. En un ópalo artificial con pico Bragg en  
25 el rango visible, cuyo espesor es de  $\sim 5$  micras, el tiempo de respuesta es inferior a 1 s para un cambio de 10 a 70% RH tal y como se observa en la Figura 1 o viceversa de 70 a 10% RH, tal y como se observa en figura 2, de dichas figuras 1 y 2 se desprende que el tiempo de respuesta (considerado como 1/e del incremento total de señal) es inferior a 1 segundo habiendo utilizado un ópalo artificial que comprende esferas de  
30 sílice de  $\sim 280$  nm. Por comparación, se muestra también en dicha Figura 1 la lectura de RH, en idénticas condiciones, de un sensor tradicional capacitivo basado en silicio.

En posibles realizaciones alternativas del sensor de humedad objeto de la invención se pueden obtener tiempos de respuesta aún más cortos. Para ello en una realización  
35 aún preferente del sensor de humedad objeto de la invención se tienen intersticios

más grandes para favorecer la difusión del aire al interior del ópalo artificial (mediante, por ejemplo, esferas mayores o utilizando ópalos inversos); mientras que en una realización todavía más preferente del sensor de humedad objeto de la invención se tiene un volumen del ópalo más pequeño, reduciendo tanto la extensión lateral como el espesor (a este respecto, cabe destacar que se han reportado tiempos de respuesta óptica de < 50 ms en un ópalo de esferas de sílice de ~ 330 nm frente a cambios de temperatura –y, por ende, de adsorción del agua– minimizando el volumen afectado.

Una vez determinadas las características del ópalo artificial, se procede a acoplar una fuente de luz dirigida al elemento responsivo para examinar su respuesta óptica una vez la luz incide sobre este último (por extensión, cualquier onda electromagnética que abarque el rango espectral del pico de Bragg). Es suficiente con que la longitud (o longitudes) de onda de la fuente de luz solape con el pico de Bragg. La sensibilidad del sensor de humedad aumentará si se utiliza una longitud de onda coincidente con los flancos del pico de Bragg, donde la intensidad del pico es mucho más sensible a cualquier cambio de humedad. Para ello puede utilizarse una luz monocromática o, alternativamente, emplearse un filtro óptico para seleccionar la longitud de onda de trabajo (todos estos elementos son económicos y están disponibles en una amplia gama); en cualquier caso la longitud de onda de la fuente de luz debe tener un valor de longitud de onda comprendido en los valores del pico de Bragg del elemento responsivo.

La luz que examina la óptica del ópalo ha de ser recolectada y convertida mediante, por ejemplo, una célula fotosensible que transforme la señal óptica en señal eléctrica funcionando a modo de transductor de respuesta óptica a señal eléctrica. Dado que el pico de Bragg es detectable en transmisión o reflexión, fuente de luz y transductor pueden ser dispuestos, respectivamente, en planos opuestos o coincidentes del ópalo. Si la intensidad de la fuente de luz requiriera amplificación, elementos recolectores ópticos (lentes) o amplificadores electrónicos pueden ser también empleados si fuera necesario.

Por último, opcionalmente, puede disponerse de un convertidor analógico digital ADC (*Analogic to Digital Converter*) para digitalizar las señales eléctricas y ser tratadas por un software de calibración y visualización.

## REIVINDICACIONES

1. Sensor de humedad caracterizado por que comprende:
  - 5 a. un elemento responsivo que comprende un cristal fotónico que a su vez comprende esferas monodispersas autoensambladas material hidrófilo entre las cuales se definen huecos intersticiales,
  - b. una fuente de luz destinada a iluminar el elemento responsivo para examinar su respuesta óptica, y
  - 10 c. un transductor de respuesta óptica a señal eléctrica, destinado a recolectar y convertir la respuesta óptica del elemento responsivo en una señal.
  
- 15 2. Sensor de humedad según reivindicación 1 caracterizado por que el cristal fotónico es un ópalo artificial.
  
3. Sensor de humedad según reivindicación 1 caracterizado por que el cristal fotónico es un ópalo artificial inverso.
  
- 20 4. Sensor de humedad según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 caracterizado por que el cristal fotónico tiene una reflectancia del pico Bragg igual a superior a 80% en toda su extensión.
  
- 25 5. Sensor de humedad según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado por que el material hidrófilo de las esferas se selecciona de entre: sílice ( $\text{SiO}_2$ ), alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), zircona, ( $\text{ZnO}$ ) o cualquier óxido o compuesto hidrófilo o cualquiera no hidrófilo hidrofílicado mediante recubrimiento de material hidrófilo.
  
- 30 6. Sensor de humedad según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque las esferas tienen un diámetro comprendido entre aproximadamente 250 nm y aproximadamente 350 nm, de tal manera que el elemento responsivo tiene una extensión de aproximadamente  $15 \mu\text{m}^2$  con un espesor de aproximadamente 4  $\mu\text{m}$ .

7. Sensor de humedad según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 anteriores caracterizado porque las esferas tienen un diámetro de 330nm.
- 5 8. Sensor de humedad según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado por que las esferas son microporosas.
9. Sensor de humedad según reivindicación 8 caracterizado por que las esferas son microporosas con poros de diámetro inferior a 2 nm.
- 10 10. Sensor de humedad según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 caracterizado porque las esferas son mesoporosas.
- 15 11. Sensor de humedad según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque la longitud de onda de la fuente de luz tiene un valor de longitud de onda comprendido en los valores del pico de Bragg del elemento responsivo.

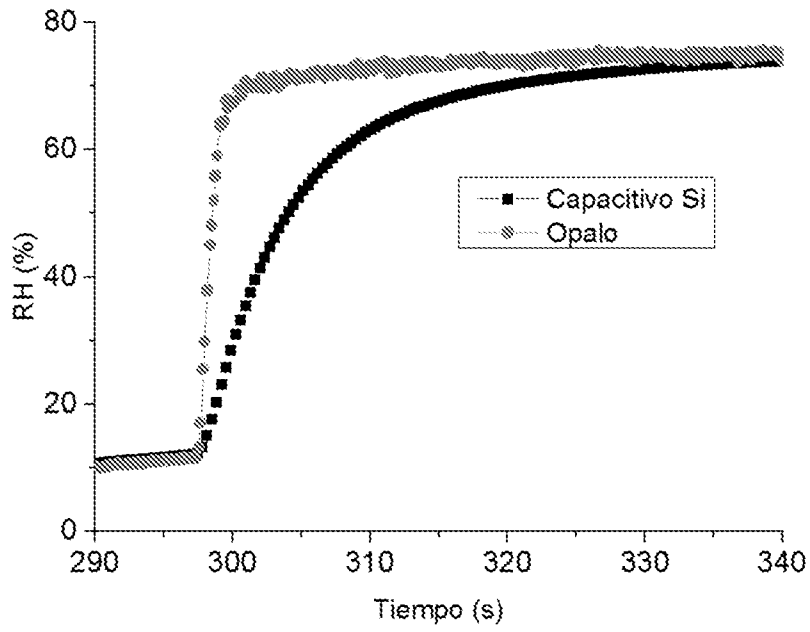


Figura 1

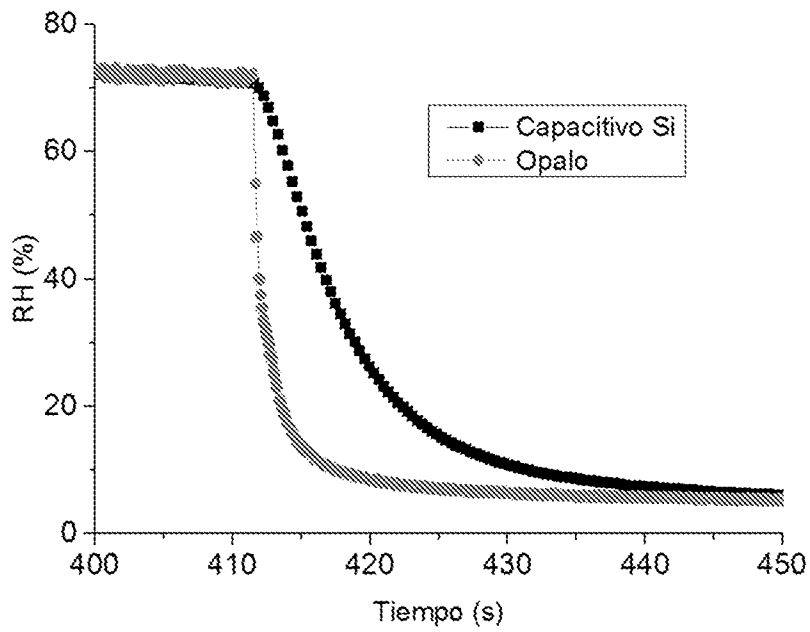


Figura 2

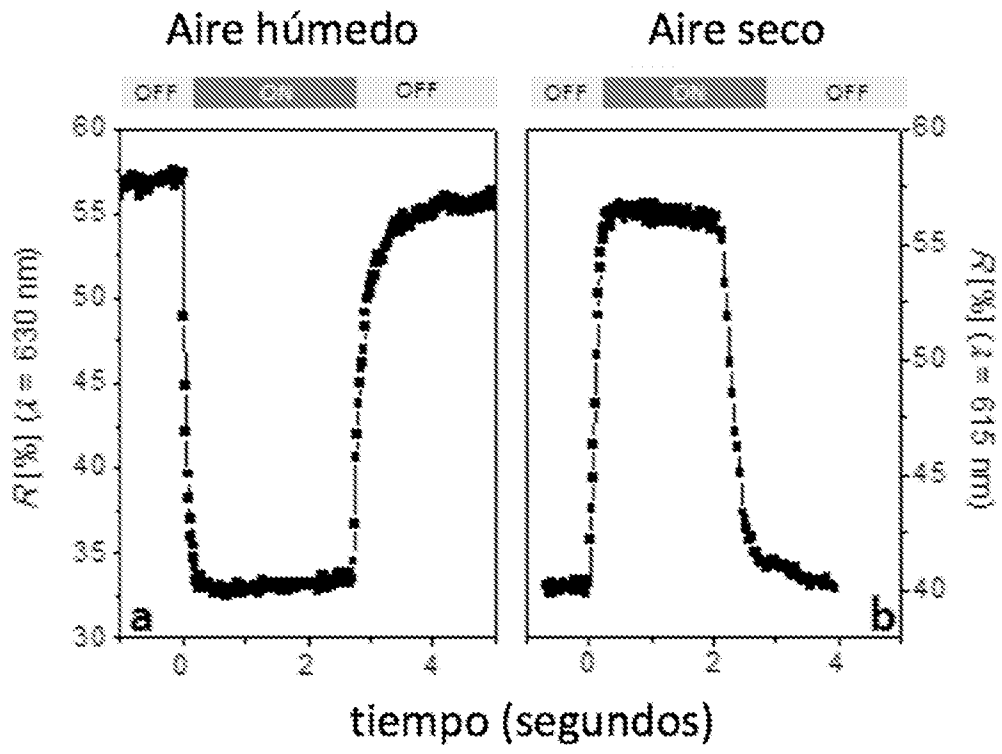


Figura 3



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/ES2019/070531

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

**B82Y15/00** (2011.01)

**B82Y20/00** (2011.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

**B82Y, G02B, G01N**

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

INVENES, EPODOC, WPI, TXTE, BIOSIS, COMPENDEX, EMBASE, INSPEC, MEDLINE, XPAIP, XPESP, XPI3E, XPIEE, Internet

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	NI, H. et al. Photonic-Crystal-Based Optical Fiber Bundles and Their Applications. IEEE Photonics Journal , 09/08/2013, Vol. 5, N° 4, Pages 2400213 (13 pp.), ISSN 1943-0655 (print), <DOI: 10.1109/JPHOT.2013.2267534>	1, 3-11 2
Y	GALLEGO-GOMEZ, F et al. Water-dependent photonic bandgap in silica artificial opals. Small, 04/07/2011, Vol. 7, N° 13, Pages 1838 - 1845, ISSN 1613-6810 (print), <DOI: 10.1002/sml.201100184>	2
A	BARRY, R. et al. Humidity-sensing inverse opal hydrogels. Langmuir, 23/12/2005, Vol. 22, N° 3, Pages 1369 - 1374, ISSN 0743-7463 (print), <DOI: 10.1021/la0519094>	1

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure use, exhibition, or other means.</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other documents , such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>
--	---

Date of the actual completion of the international search  
**30/08/2019**

Date of mailing of the international search report  
**(02/09/2019)**

Name and mailing address of the ISA/

Authorized officer  
A. Figuera González

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS  
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)  
Facsimile No.: 91 349 53 04

Telephone No. 91 3495516

# INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº  
PCT/ES2019/070531

## A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

**B82Y15/00** (2011.01)

**B82Y20/00** (2011.01)

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

## B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

**B82Y, G02B, G01N**

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

**INVENES, EPODOC, WPI, TXTE, BIOSIS, COMPENDEX, EMBASE, INSPEC, MEDLINE, XPAIP, XPESP, XPI3E, XPIEE, Internet**

## C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
X Y	NI, H. et al. Photonic-Crystal-Based Optical Fiber Bundles and Their Applications. IEEE Photonics Journal , 09/08/2013, Vol. 5, Nº 4, Páginas 2400213 (13 pp.), ISSN 1943-0655 (print), <DOI: 10.1109/JPHOT.2013.2267534>	1, 3-11 2
Y	GALLEGO-GOMEZ, F et al. Water-dependent photonic bandgap in silica artificial opals. Small, 04/07/2011, Vol. 7, Nº 13, Páginas 1838 - 1845, ISSN 1613-6810 (print), <DOI: 10.1002/smll.201100184>	2
A	BARRY, R. et al. Humidity-sensing inverse opal hydrogels. Langmuir, 23/12/2005, Vol. 22, Nº 3, Páginas 1369 - 1374, ISSN 0743-7463 (print), <DOI: 10.1021/la0519094>	1

En la continuación del recuadro C se relacionan otros documentos

Los documentos de familias de patentes se indican en el anexo

\* Categorías especiales de documentos citados:

"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.

"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.

"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).

"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.

"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.

"T" documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.

"X" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.

"Y" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.

"&" documento que forma parte de la misma familia de patentes.

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional.  
**30/08/2019**

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional.  
**02 de setiembre de 2019 (02/09/2019)**

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional  
**OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS**  
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)  
Nº de fax: 91 349 53 04

Funcionario autorizado  
A. Figuera González

Nº de teléfono 91 3495516