2025/9/25更新

電子線後方散乱回折装置(EBSD)簡易マニュアル OIM Matrix編

光電子分光分析研究室

連絡先　鈴木啓太　内線6882

吉田すずか　内線6882

装置使用の前に

EBSD解析用PC

- EBSD装置PCに直接自分のUSBを差し込まないで下さい。施設のデータ移動用USBメモリを利用して、EBSD解析用PCに移動し、EBSD解析用PCで自身のUSBメモリにコピーしてください。またEBSD解析用PCとEBSD装置PCはネットワーク接続しているのでデスクトップ上の「data(装置PC)-ショートカット」フォルダからもアクセス出来ます
- EBSD解析用PC内にデータを一時保存したい場合は、デスクトップ上の「Data(解析PC)-ショートカット」フォルダ内に、研究室単位で保存してください。ただしデータ保存の保証は出来ません
- 「edaxh5_converter_tool」フォルダにはedaxh5ファイルを1つずつのスキャンデータとしてh5ファイルに変換するコンバータと操作手順書があります。ARIM事業に利用申請を出している利用者はh5ファイルに変換した上でEBSDデータをアップロードしてください
- 研究室USBメモリでは移動出来ないような容量の大きなデータをEBSD装置PCからEBSD解析用PCに送りたい場合はスタッフまでご連絡ください
- OIM Matrixは光電子分光分析研究室専用の解析ソフトです。他の施設で測定したデータでは使用しないでください

OIM Matrixについて

OIM Matrix の概要

OIM Matrixは、OIM Analysis ver.9に有償で追加された再指数付け用アプリケーションで、**Spherical Index法とNPAR機能**が実装されています。測定時に得られたデータを本機能で再処理することにより、従来より高精度な指数付けを行うことができます

従来法（Hough Index法）の課題

従来のHough Index法は、Hough空間上で検出したKikuchiバンドの角度関係に基づいて方位を決定していました。そのため、

- バンド幅や、バンドの重なりによるコントラスト差を考慮できない
- ノイズが強い場合に方位決定が一意になりにくい
- バンド検出やリフレクター設定に経験を要する

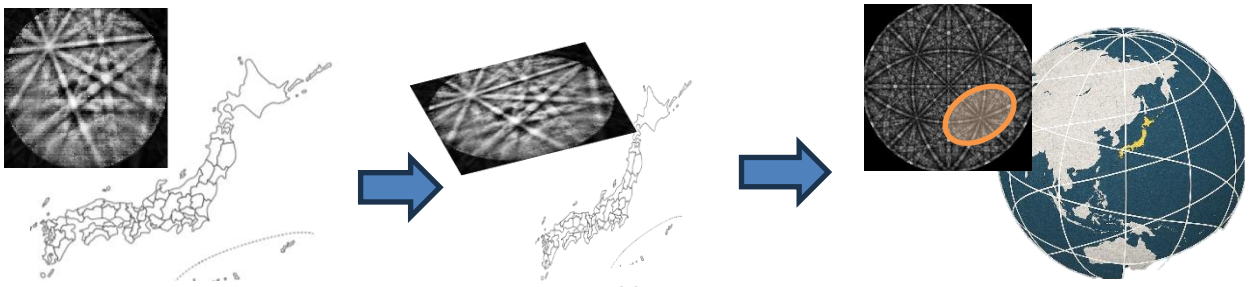
といった問題がありました

Spherical Index法の特徴

Spherical Index法では、結晶構造から球面投影したシミュレーションの菊池パターンを作成し、キャリブレーションを考慮した上で実測像と直接マッチングを行います。この手法により、

- ノイズに強く、バンド識別が困難な画像からでも指数付けが可能であること
- 方位決定の精度がHough法に比べて約1桁向上すること
- 相分離能力が高く、同じ結晶構造でも識別できる場合があること

といった利点があります。イメージとしては地球儀から日本という形をパターンマッチングによって見つけ出すという感じです



得られたEBSDパターン

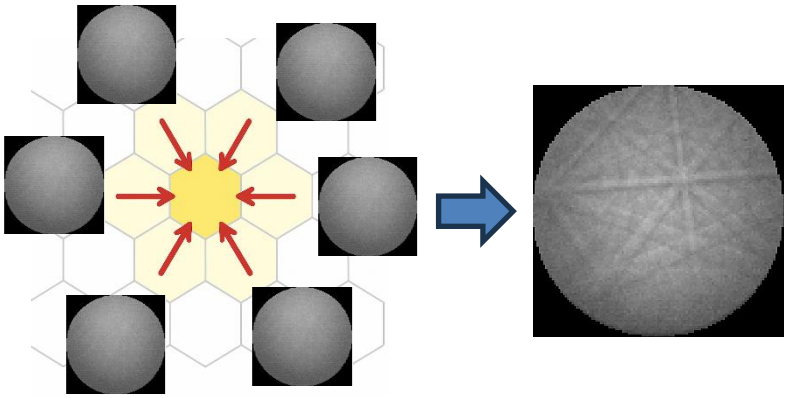
投影効果を補正し、
角度空間に変換する

角度空間上で似た
特徴点を探す

OIM Matrixについて

NPAR機能の特徴

NPAR機能は、分析点周囲のピクセル情報を積算してS/N比を向上させる機能です。これにより、露光時間や電流を増加させることなく明瞭なKikuchiパターンを取得することができ、Spherical Index法と組み合わせることで指数付け精度をさらに高めることができます



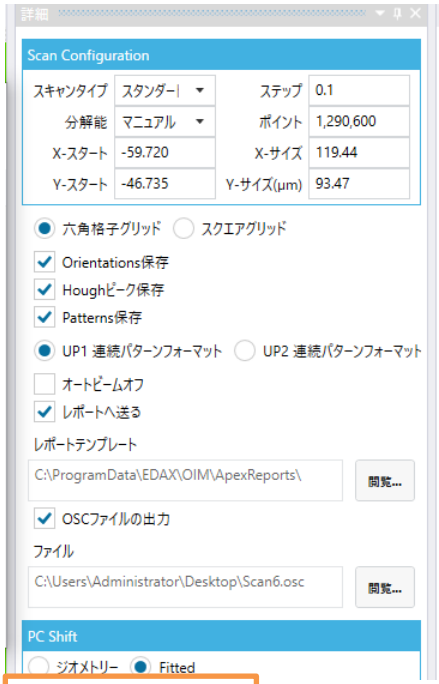
【NPAR】のほか、【NLPAR_○】という機能もあり、こちらは○セル隣までの、元の画像と相関が高い画像だけを選んで積算する機能です。粒界を跨がずに積算に持ち込めやすいです

利用にあたっての注意点

- 過剰な適用リスク：ノイズにしか見えない像でも指数付けが行えてしまうため、Hough法との照合、他測定との整合性確認、マッチング結果の妥当性検証を行うことが必要です
- アーチファクトの発生：NPARの積算により微細構造が埋もれてしまい、偽の特徴が強調される可能性があるため、再現性の確認が求められます
- SCI値の解釈：Spherical Index法ではCI値に代わりSCI値が導入されますが、信頼できる閾値の基準はまだ十分に確立されていないため、閾値設定に注意する必要があります

以上の注意点などがあるものの、Hough index法と比べると、菊池線がはっきりしない材料や相が多数存在する複合材料ではかなり方位決定の精度が向上しますし、Hough空間の設定などで頭を悩ませる必要がなくなります。ぜひ使ってみてください

測定時の注意点

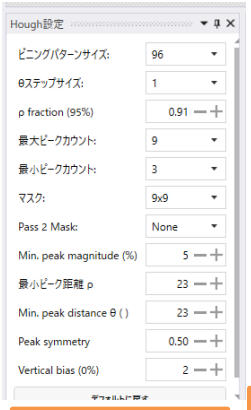


スキャン設定

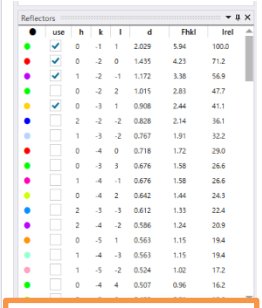
測定条件について

基本的に従来のHough index法での測定と同様で構いません。スキャン設定画面でPatterns保存を☑し、UP1連続パターンフォーマットを選択してください。再指数付けのためのパターンを取得できます。ただし、100万点の測定で15GBほどの容量が必要になります。

また、データベース内のシミュレーションパターンは全て20kVの条件で計算されているため、データベースのパターンを参照する場合、加速電圧は20kVで測定してください。他の加速電圧で測定した場合はシミュレーションパターンを新たに作る必要があります。電流値は30nAが推奨ですが、NPAR機能があるので、高倍率で微小部を測定する場合は少し低めにすると良いでしょう



Hough設定



Reflectors設定

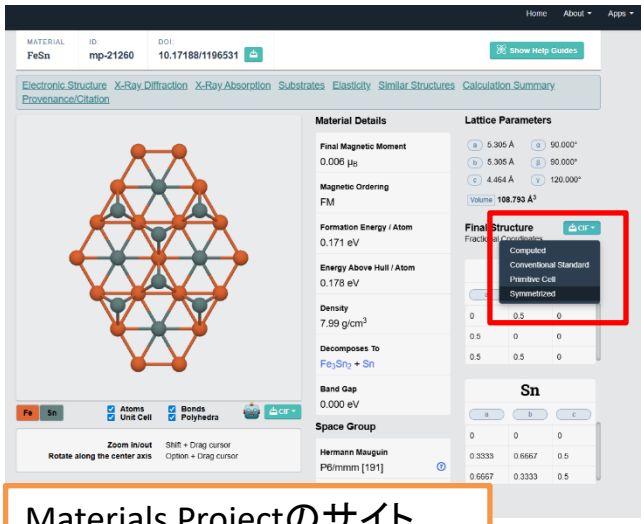
Hough設定やReflectors設定については再指数付けしたデータをメインに評価するならば適当で構いません

Tune機能

OL Lens Clear

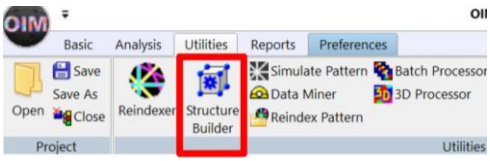
ある程度明瞭なパターンが見える視野中心付近を選択し、パターンタブでTuneをクリックしてキャリブレーションを行うようにしてください。また、電子線のOLレンズクリアを定期的に行って、ヒステリシスを消すようにしてください。

マスターパターン作成

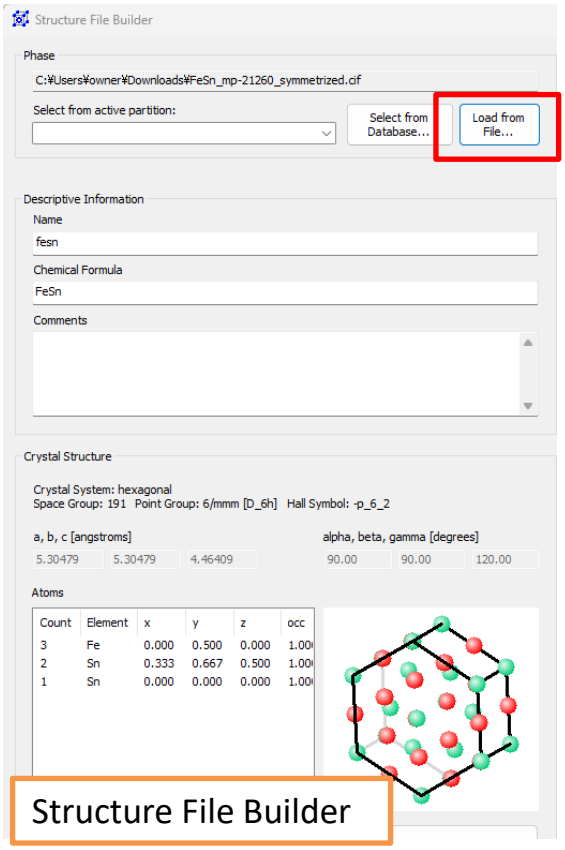


Materials Projectのサイト
右上のCIFダウンロードから
Symmetrizedを選択して入手

[D:¥Data¥TSL_database]にマスターパターンファイル(.oem)があります。Apexのデータベースの検索上に存在しているマテリアルファイルの結晶についてはTSL_databaseにマスターパターンがあるのでそれを利用してください。全て20kV時のシミュレーションパターンです。マテリアルファイルがない結晶はマスターパターンもないのでマスターパターンを作成します。まず結晶のデータベースサイト(Materials Projectなど)から検索して、cifファイルをダウンロードしてください

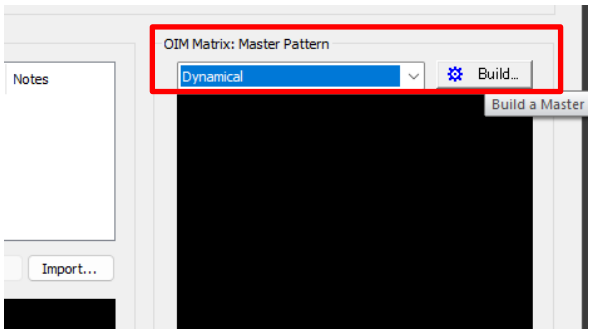


OIM Analysis 9を立ち上げ、Utilitiesから Structure Builderを選択。「Load from File…」から使用するcifファイル(またはbmtファイル、oemファイル)を選びます(マテリアルファイルが存在する結晶で20kV以外のマスターパターンを作成したい場合は該当するoemファイルを選択)

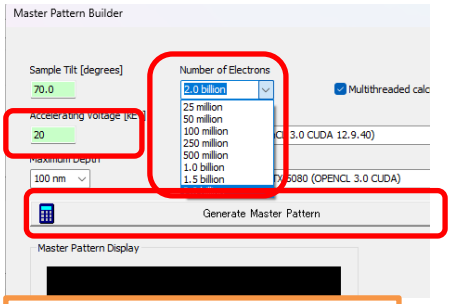


Structure File Builder

結晶構造などが正しい情報であることを確認したら、右側の「Select Build Method」から「Dynamical」を選択し、「Build…」をクリックします

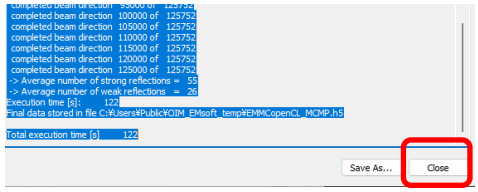


マスターパターン作成

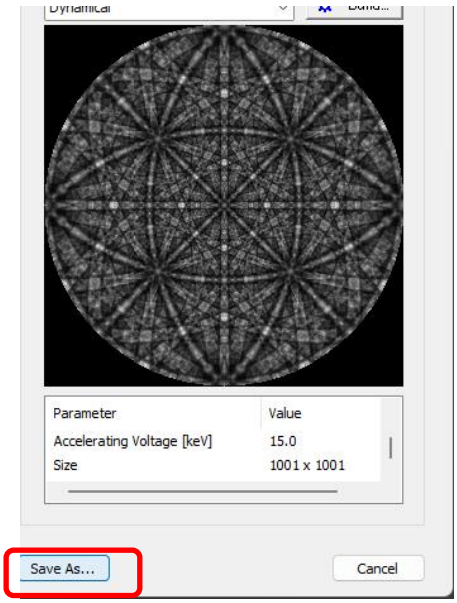


Master Pattern Builder

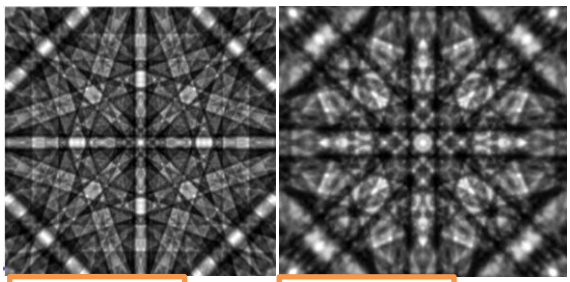
Master Pattern Builder内で加速電圧とシミュレーションに使用する電子数を選択し、Generate Master Patternをクリックします。多いと計算に時間がかかります。250 million以上が推奨ですが、単純な結晶系なら2 billionでも10分ぐらいで終わります。複雑なものだと数時間かかるものもあります



計算が開始され、やがて計算時間が出て終了します。計算画面のCloseを選択し、元のStructure File Builder画面に戻り、Save Asをクリックして、マスターパターン(.oem)ファイルを自身のフォルダ、または[D:¥Data¥usermasterpattern]に保存してください(自身のフォルダは解析用PCのDドライブ→dataフォルダ内に研究室単位で作ってください)



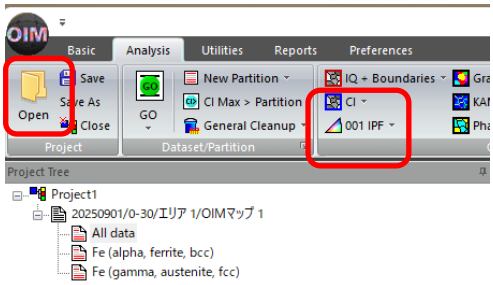
なお、ダウンロードしたcifファイルによっては中身に情報の欠損がある場合があります。メモ帳で開いて、問題のないcifファイルと中身を見比べて、必要な情報は手入力して調整してください

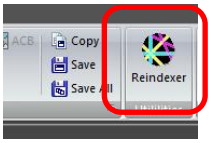


20 kV Ni　　5 kV Ni

左図はNiの20 kVと5 kVのマスターパターンです。主にバンド幅の違いで絵の様相がかなり変わります。加速電圧は必ず一致したマスターパターンを用意しましょう

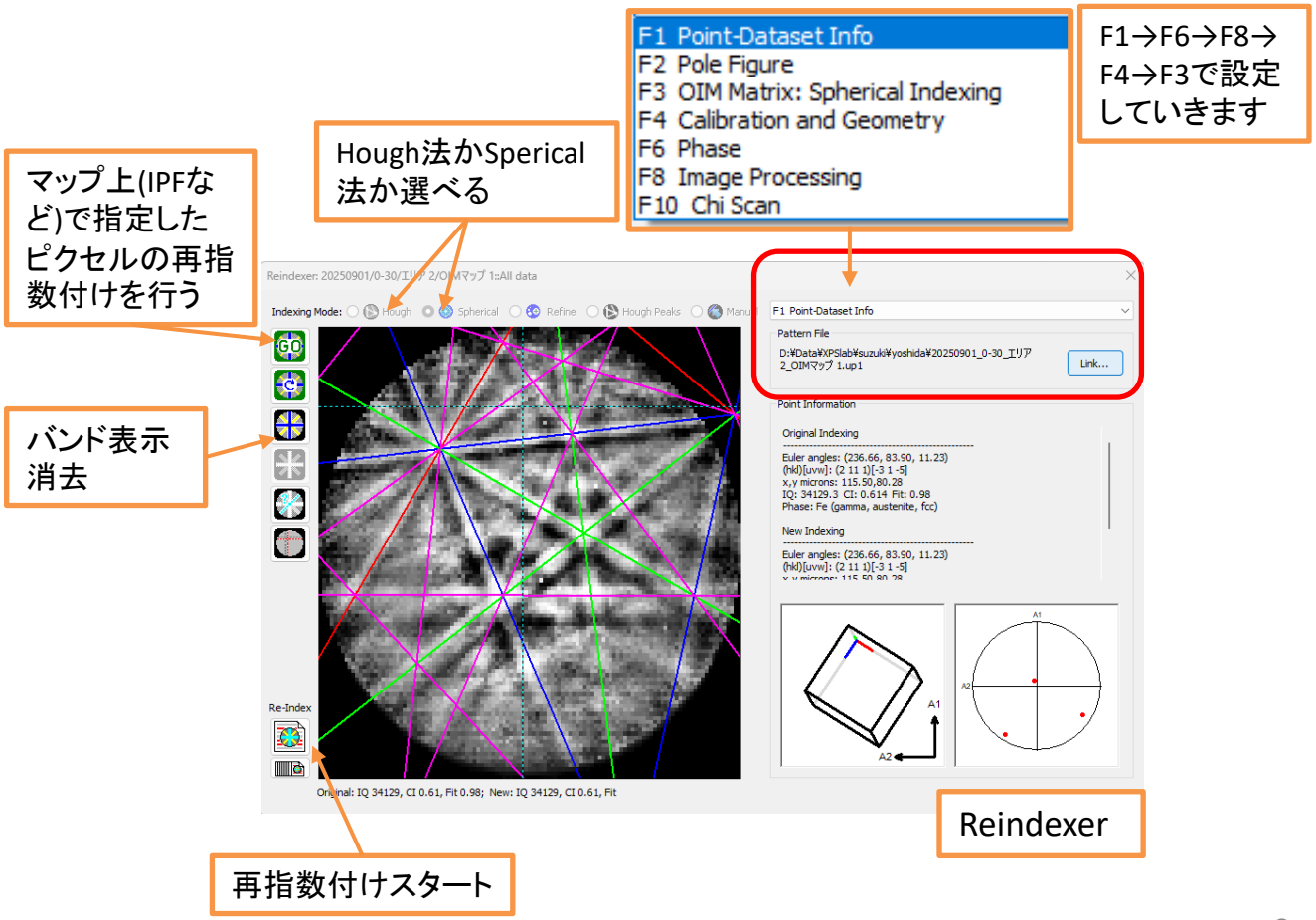
再指数付け準備



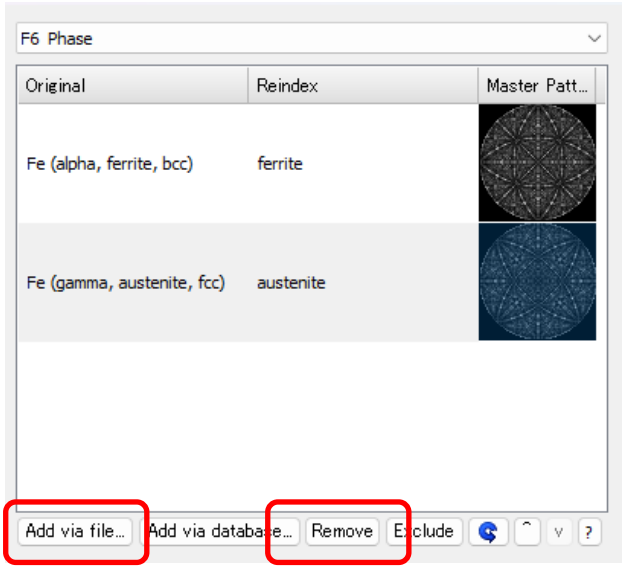


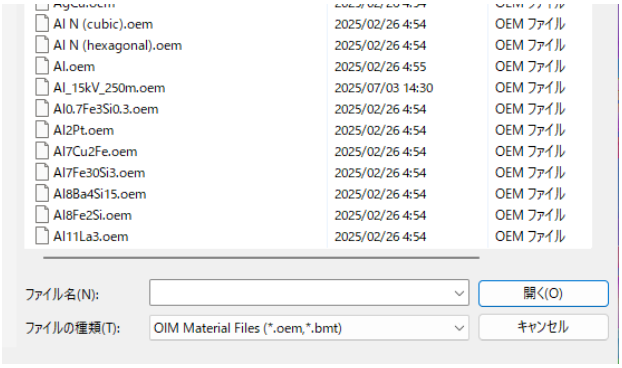
予め装置PCから解析用PCへ、元のedaxh5ファイル（またはoscファイル）と、up1データを移動させておきます([D:¥Data¥自分の研究室名]に保存すること。up1は重いのでネットワークからよりUSBメモリで転送した方が早いです。また、ファイルまでのパスに日本語を使わないようにしてください。バグります)

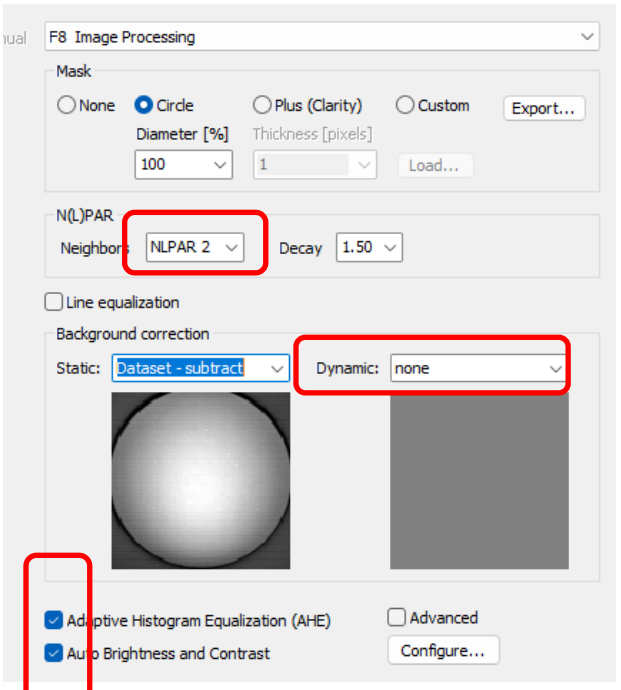
OIM Analysis 9で指数付けするデータを開き、IPFマップを作製して表示しておきます。UtilitiesからReindexerをクリックします。Reindexerの右上のメニューから[F1 Point-Dataset Info]を選択し、Pattern Fileの[Link...]から該当するup1ファイルを呼び出します。



再指数付け準備







「F6 Phase」を選択し、マスターパターンを呼び出します

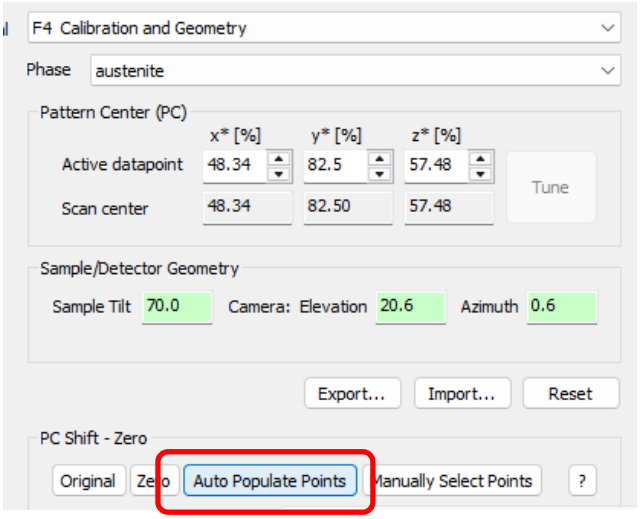
予め測定時に設定したマテリアルファイルがリストに登録されています。リストのPhaseを選択し、「Add via file...」をクリックし、[D:¥Data¥TSL_database]などからPhaseに合うoemファイルを開いてください。リスト上にマスターパターンが表示されます

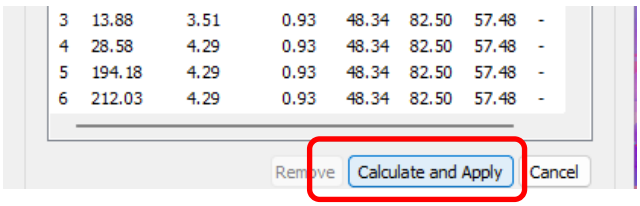
新たにPhaseを追加したい場合はリスト内のPhaseを何も選ばずに「Add via file...」からoemファイルを開いてください。リストに追加されます。また再指数付けから既存のPhaseを除去したい場合はリストから選んだ上でRemoveをクリックしてください

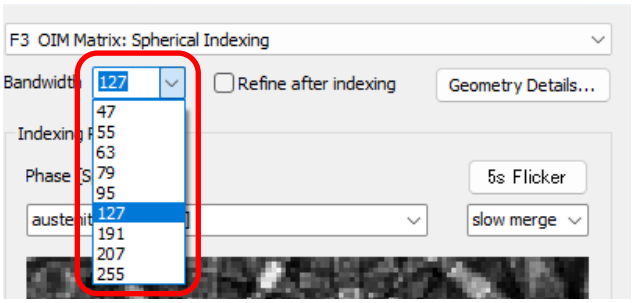
「F8 Image Processing」でN（L）PARのNeighborsから画像積算設定を選びます。数字が大きいほど周囲セルの積算範囲が増えてがS/N比が向上しますが、計算時間がかかるのと、アーティファクトを作りやすくなります。推奨はNLPAR 2です

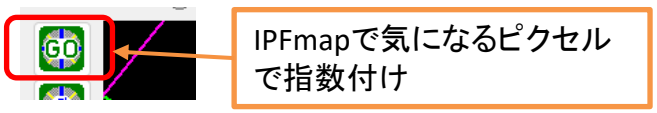
Background correctionでは下2つの項目で☑をつけておくのが推奨です。測定時にバックグラウンド画像の取得や画像処理で上手くいっていない場合はDynamicからStandard – subtractを選択してください。バックグラウンド処理をやり直してくれます

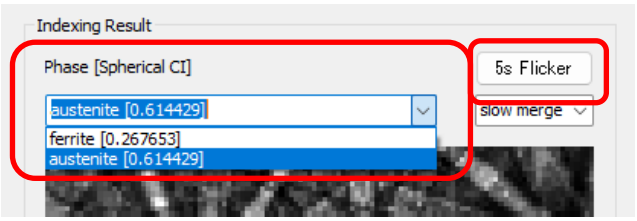
再指数付け準備

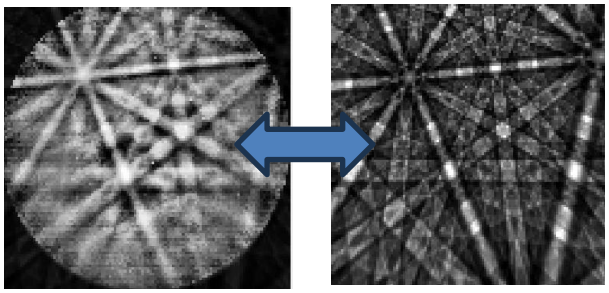












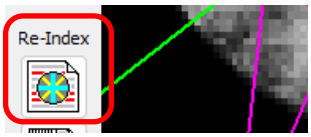
「F4 Calbration and Geometry」でキャリブレーションのやり直しをします
PC Shift – FitのAuto Populate Pointsをクリックします。キャリブレーションリストが出来たら、Calculate and Applyをクリックします。計算が終わったらOKを押します

「F3 OIM Matrix: Spherical Indexing」でBandwidthの値を設定します。推奨は127以上です。高くすれば細かい特徴にも対応できるようになり、SCI値が向上する傾向がありますが、計算に時間がかかります

予め開いていたIPFマップ上で適当なピクセルを選択し、「GO」で再指数付けを実施します。指数付け結果がIndexing Resultに表示され、SCI値やマスターパターンが確認出来ます。5s Flickerを押すと5秒間、カメラ画像と符合したマスターパターンが交互に表示されるので、適切な指数付けか、相が合っているかどうか、幾つかのピクセルで確認してみてください

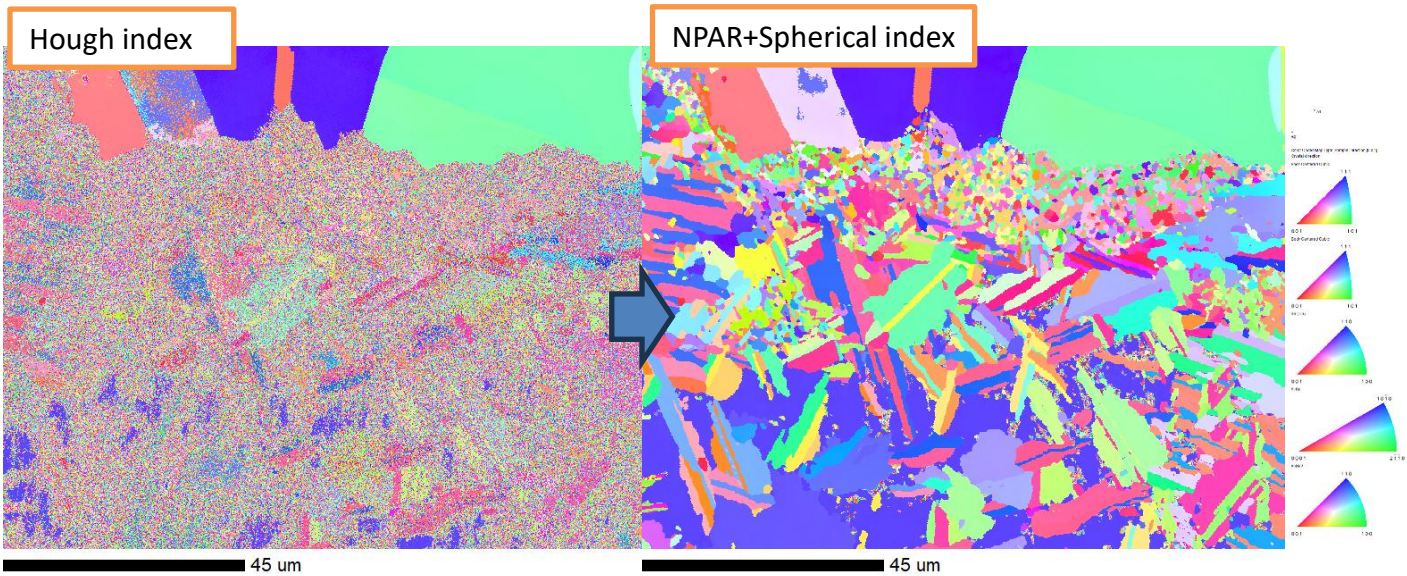
このほか、「F10 Chi Scan」では得られた画像のコントラストなどを用いて、予め相分離設定を組むことが可能です(必要があれば)。詳しくは測定編のp.33を見て下さい

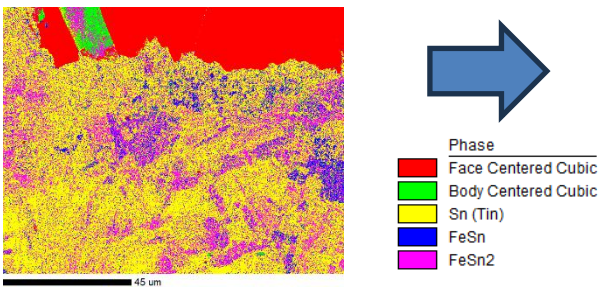
再指数付け



Re-Indexをクリックすると、再指数付けが実施されます。1個のPhaseを指定して、NLPAR2、bandwidth 127だと10万点のデータを1分ほどで再指数出来ます。同条件でPhaseが5個だと1分で4万点ぐらいです

計算が終わったらReturn to Reindexerをクリックします。再指数付けしたoscファイルが作られ、Analysisで開かれた状態になります(同名でrescanと追記される)。Reindexerは閉じて、再指数付けしたデータを使用して解析を進めます

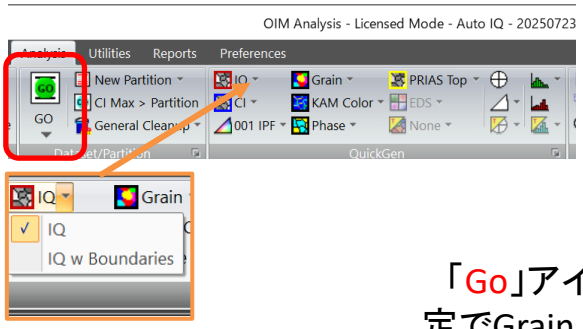




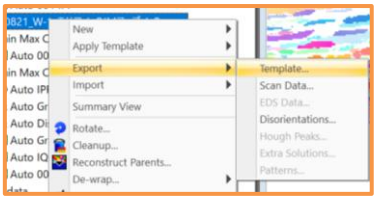
菊池パターンが明瞭に出ない(が結晶にはなっている)領域で再指数付けの効果が発揮します

試料：液体Snに浸漬させたSUS316L腐食断面
試料提供：東京科学大学　近藤正聡先生、西谷祐人氏

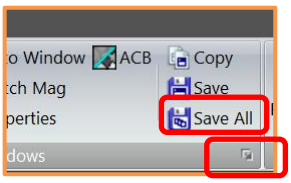
Analysis 9の新機能について



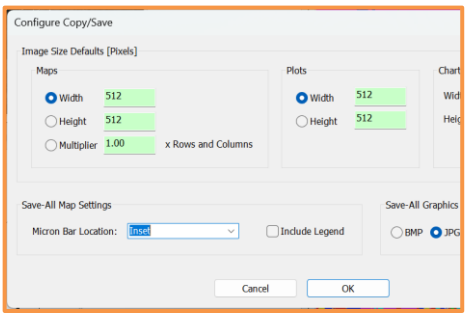
良く利用されるIPFマップなどの各種マップ類やGrain Sizeなどの統計グラフ、極点図などAnalysisタブのアイコンから出せるようになっています。また▼から細かい種類でのマップも選択できます



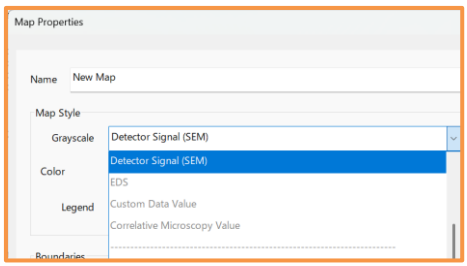
「Go」アイコンを押すと、Grain Max CI(SCI)>0.1の閾値設定でGrain SizeとDisorientationのグラフ、IPF、Phase、Grain、IQのマップ、001極点図が作成されて便利です
自分の好みの設定があればプロジェクトツリーから右クリックメニューのExportでテンプレートを作成してください



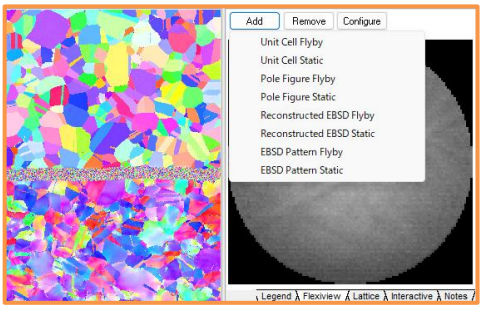
また、開いてあるウィンドウ内の画像やLegend(凡例、カラーキー)について、「Save All」アイコンを押すと一度に全ての画像やLegend情報を、指定したフォルダに保存することが出来ます



Save All下のオプション表示ボタンを押すと、保存時のピクセルサイズや、スケールバーの配置、Legend(凡例、カラーキー)を付属させるかどうかなどの条件を指定できます



マップ作成のスタイルから、Detector Signal(SEM)を選択すると、EBSD測定時のSEM像が得られます（EBSD測定前に取り込んだSEM画像とは異なります。測定前に取り込んだSEM像は何かのマップ像を右クリック→ShowからOIM mapを消してSEM-PRIASを選択）

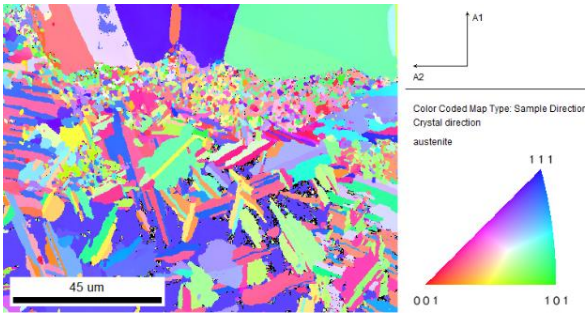


up1ファイルを保存して再指数付けしたデータでは、マップ右のFlexviewからEBSD Pattern Flybyを選ぶことで、マウスの位置のピクセルでの取り込んだEBSD画像を確認することが出来ます

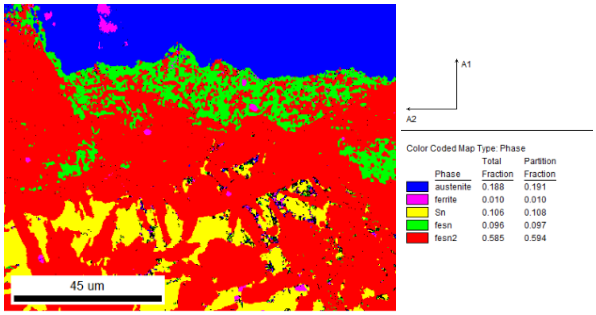
また、マップを拡大して見たい時はマップ上でCtrl＋左クリックorホイールupで出来ます

マップについて

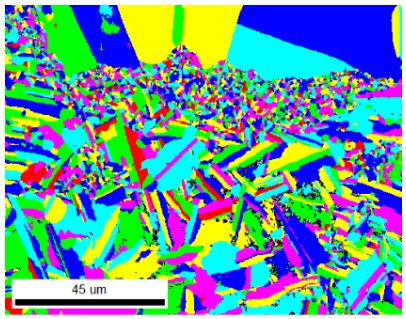
良く使用される解析メニューについてのみ説明します
その他はソフトウェアのHelpメニューで検索してください



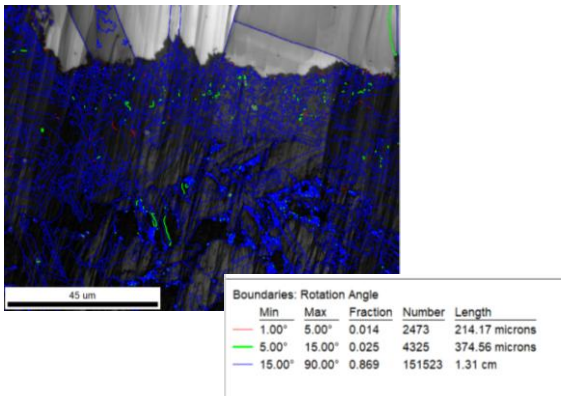
- IPF
  ユーザーが指定した 基準方向(通常ND、試料板の法線方向)に対して、そのピクセルの方位が結晶座標系でどの結晶方位に当たるかをカラーで表示



- Phase
  どの結晶構造・相に一致したかを色分けで表示。色の種類はProperties→Editで変えられます。Total Fractionはマップ全体での割合、Partition Fractionは設定したPartition内での割合を示す

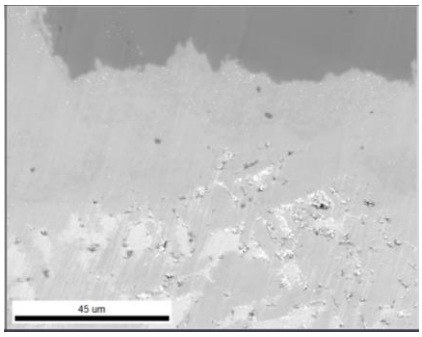


- Grain
  方位の連続性から粒界を定義し(通常5度、2ピクセル以上繋がれば粒)、色分けしたマップ。色に意味はない



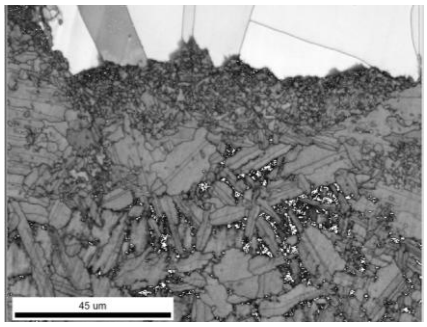
- IQ+boundary
  IQ値でコントラストを表現したマップ。菊池パターンが明瞭に出ていれば明るい。Partitionの閾値に使うことが多い。Boundaryを重ねて表示することが多い。線の太さや角度差の指定はProperties→Boundariesで設定

マップについて



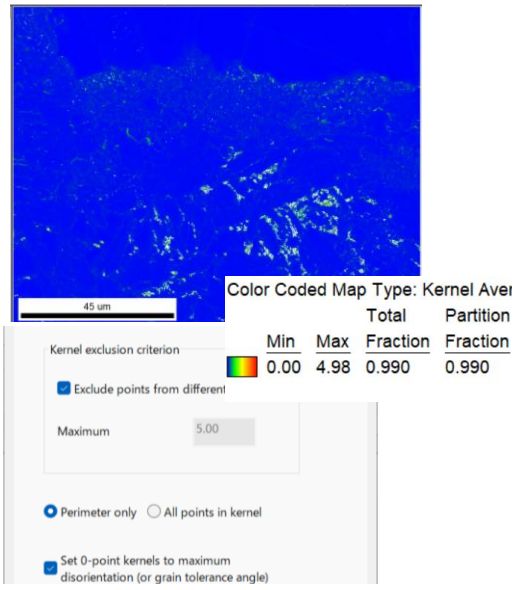
- PRIAS Top

カメラの上方に入り込んだ、主に背面散乱電子(反射電子)の信号の画像。COMPO像に近い画像なので組成差が分かる。Chi Scanで相を予め分離するのに使える。



- CI

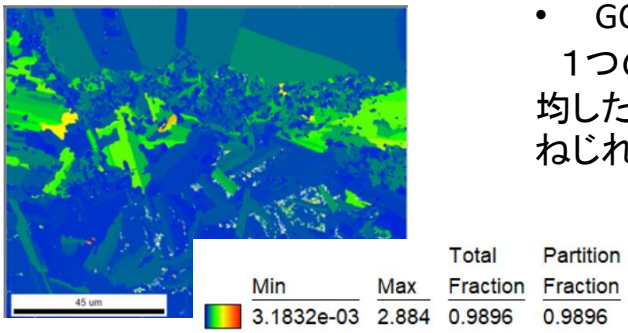
CI値でコントラストを表現したマップ。Spherical indexの場合はSCI値で作られる。Partitionで閾値に用いることが多い。CleanupでCI standardizationを実施すると粒全体でCI値が一番高いピクセルのものに統一されるので、粒単位でPartitionを区切れる。CI値の時は0.1以上が推奨値だがSCI値の場合はもう少し高い値が推奨



- KAM(Karnel Average Misorientation)

あるピクセルの、周囲のピクセルとの方位差の平均値を色で表示したもので塑性歪みの分布などが見れる。作る時はProperties→EditでExclude points from different grainsとSet 0-point kernels to maximum disorientationの項目は☑、Perimeter onlyを選択するようにしてください。

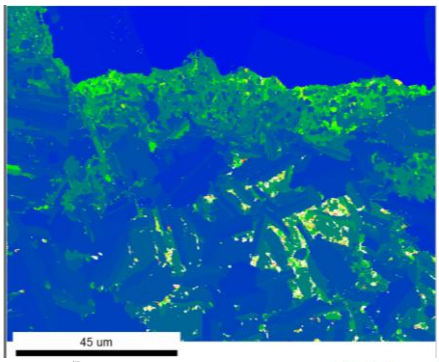
Exclude points from different grainsは粒内だけに計算するピクセルを絞る設定。Set 0-point kernels to maximum disorientationは計算できなかったピクセルに対して最大値5を振る設定。Perimeter onlyは通常のKAMの定義、All Points in kernelを選ぶとlocal average misorientationの定義になります



- GOS(Grain Orientation Spread)

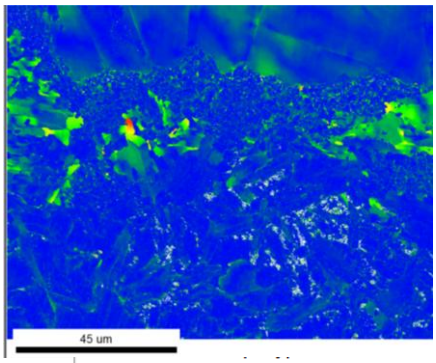
１つの粒内で、全てのピクセル間の方位差を平均したものを表示。赤色ほどその粒は撓んでたり、ねじれたりして塑性変形を受けている

マップについて



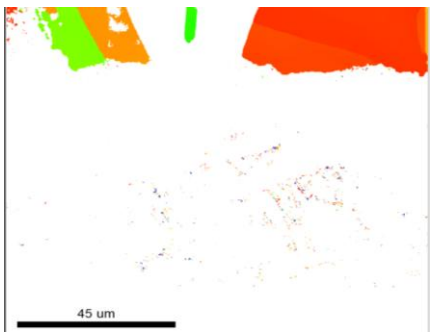
	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
	6.3664e-03	1.000	0.9871	0.9871

- GAM(Grain Average Misorientation)
  1つの粒内で、隣り合うピクセル間の方位差のみを平均したもの。サブグレインのような近接する点で細かな方位差が出ている結晶粒で顕著となる



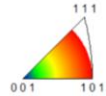
	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
	1.7995e-03	5.000	0.9896	0.9896

- GROD(Grain Reference Orientation Deviation)
  1つの粒内での、その粒の平均方位から差を比べてもっとも最小の差となるピクセルの方位を基準として基準からの方位差を表示したもの。または設定で基準をKAMが最小となるピクセルの方位とすることも出来る。AngleとAxisがある



Phase	Direction	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
austenite	<0 0 1> || [0 0 1]	0.0°	45.0°	0.146	0.146

austenite [001]



- Crystal Direction
  指定した試料座標の方向と平行になる結晶方位、またはその結晶方位を法線方向とする結晶面、を指定してマップ上に表示

チャートについて

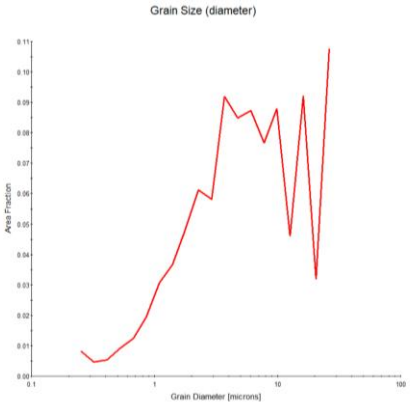


Chart: Grain Size (diameter)

Edge grains excluded from analysis

Diameter	Area Fraction
0.2517	0.00824622
0.3215	0.00466405
0.4106	0.00525608
0.5243	0.00918889
0.6696	0.0124698
0.8552	0.0193117
1.092	0.0306379
1.395	0.0366587
1.781	0.0481417
2.275	0.0611753
2.905	0.0581059
3.710	0.0919665
4.738	0.0848796
6.051	0.0872971
7.728	0.0766422
9.869	0.0880055
12.60	0.0459198
16.10	0.092118
20.56	0.0317021
26.25	0.107613

Summary Statistics [microns]

Minimum:	0.2228
Maximum:	29.67
Average:	
Area	9.039
Number	0.8479
Standard Deviation:	

- Grain Size(diameter)

Grainの粒径(D)は粒の面積Aをピクセル数×√3/2×（step size）^{2}として、D=(4A/π)$^{1/2}$で計算されます。平均値の計算方法が2つあって、NumberとAreaの2つが表示されています。仮に8、59、25、8(全部で100)の面積の4つの粒があった場合、Number法では100/4＝25が平均値、Area Fraction法では面積に面積比が乗じられ、8*0.16+25*0.25+59*0.59=42.34が平均値です。チャートの区切りの数値を整えたい場合はX軸をLinearに変えて、RangeのMethodをAbsoluteにし、Min.からMax.の幅を、Number of bins数で綺麗に割れる数値に設定してください。またグラフの表示については右クリックメニューのGraphicsを選択して調整してください

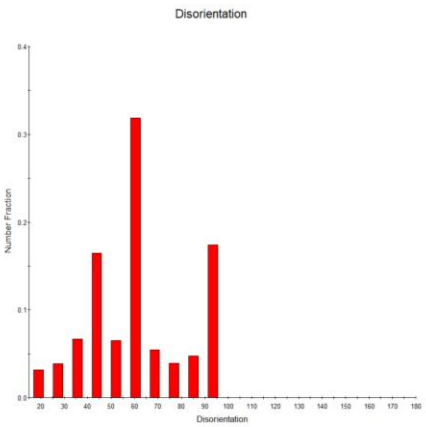


Chart: Disorientation Angle

Disorientation	Correlated Number Fraction
19.13	0.031638
27.38	0.0384312
35.63	0.0669532
43.88	0.164643
52.13	0.0649236
60.38	0.318792
68.63	0.0542861
76.88	0.0391714
85.13	0.0473257
93.38	0.173836
101.6	0
109.9	0
118.1	0
126.4	0
134.6	0
142.9	0
151.1	0
159.4	0
167.6	0
175.9	0

Summary Statistics [degrees]

Average:	
Number	58.35

- Disorientation

結晶粒界の方位差分布を示すチャートです。

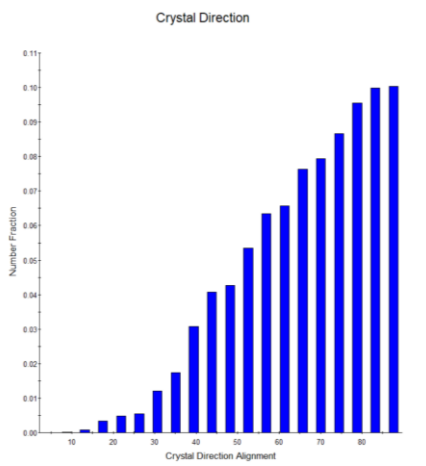


Chart: Crystal Direction

Alignment	<0 0 0 1>-[001] fesn Number Fraction
4.410	3.48748e-06
8.787	0.000193555
13.16	0.000784683
17.54	0.00336542
21.92	0.00487724
26.30	0.00546488
30.67	0.0121451
35.05	0.0173886
39.43	0.030838
43.81	0.0407233
48.18	0.0427094
52.56	0.0534299
56.94	0.0634285
61.32	0.0656815
65.69	0.0762677
70.07	0.0793942
74.45	0.0867075
78.83	0.0955203
83.20	0.0999041
87.58	0.100398

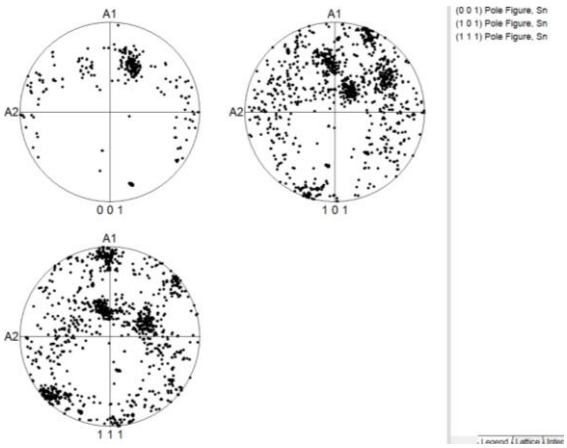
Summary Statistics [degrees]

Average:	
Number	53.41

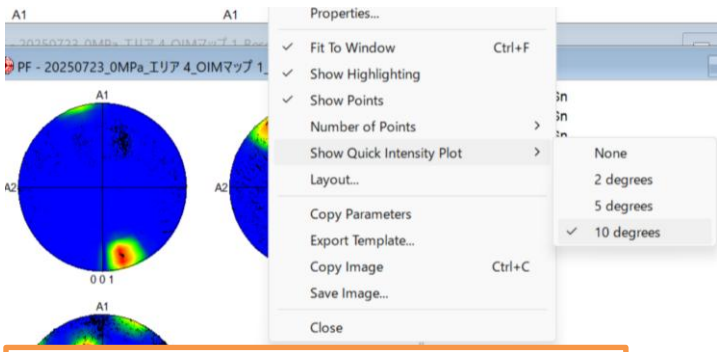
- Crystal Direction

指定した結晶方位から所定の角度以内に含まれる測定点の割合を累積で表示。非累積も選べる

極点図について

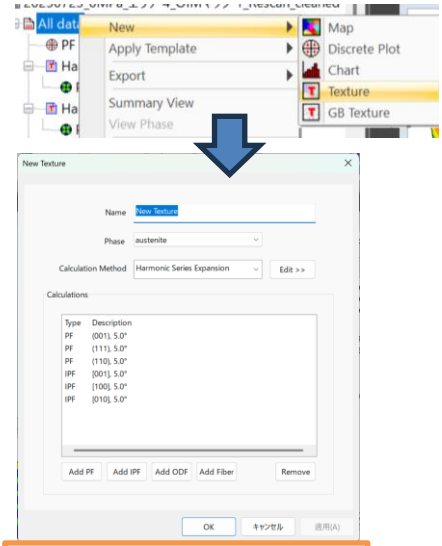


- 極点図(PF)
  結晶中の特定の結晶面（hkl）や結晶方向[uvw]が、試料座標系に対してどの方向を向いているかを、ステレオ投影で示した図。方位やPhaseはProperties→Sectionsで加えていく。極点図では点が重なる場合、どのくらい集積されているかは分かりません。集積の強度を示す場合は右クリックメニューでIntensity Plotを表示させます

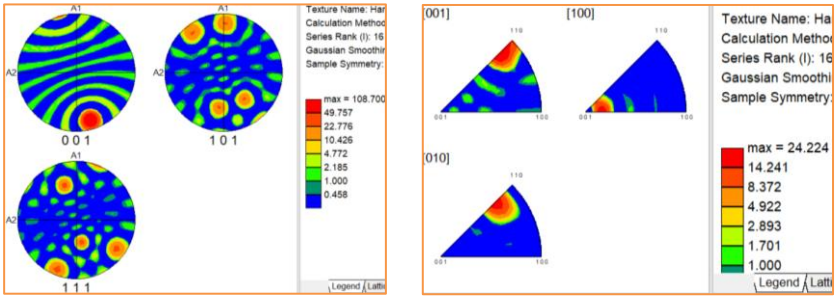


極点図で右クリックメニュー→Intensity Plot

- Harmonic Texture
  極点図のIntensity Plotは上記でも作れますが、もう少し詳細に設定して出す場合は右クリックメニューからNew→TextureでPFやIPFの、特定の方位の強度分布のTextureを作成し、そのTextureから右クリックメニューでNew→Texture Plotで強度分布の極点図や逆極点図を作成できます

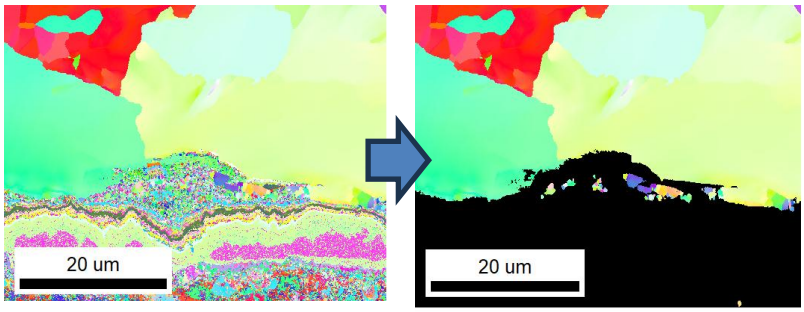


New→Textureで
Harmonic Texture作成

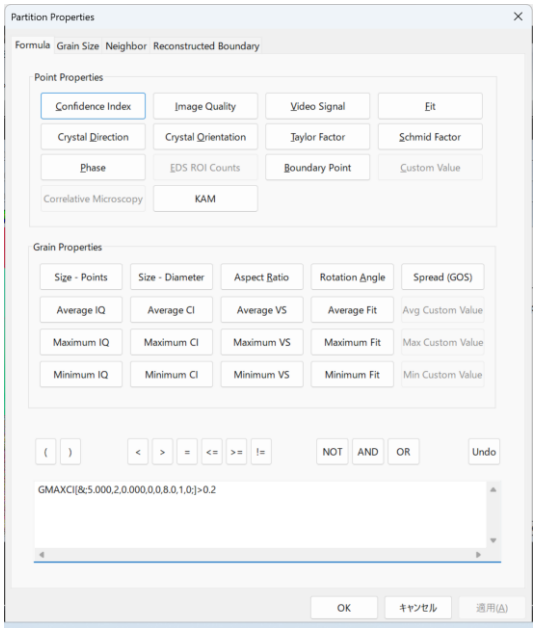


作成したHarmonic Texture
からPFやIPFを作成

Partitionについて



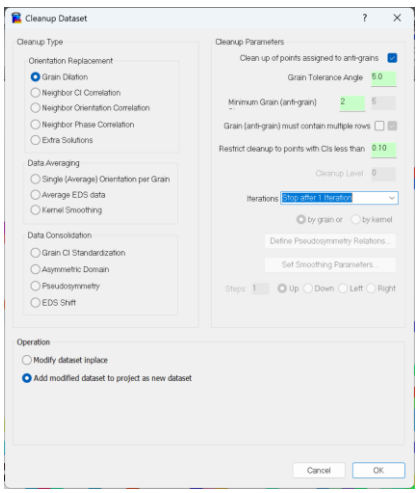
正しく指数付け出来なかったノイズ領域を除去したり、Phaseを分離して表示したい場合などはPartition設定をします。Partitionの「All data」などから右クリックメニュー→Propertiesを選択するとPartition Properties画面が現れます



上側にはピクセル単位で区切りを設定する項目、下側には粒単位で区切りを設定する項目があります。ANDやORを使用すれば、閾値の設定を複数設けることもできます

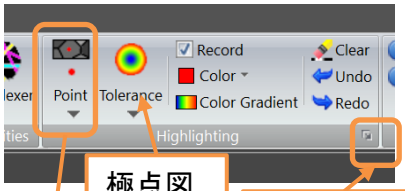
ノイズ除去の場合はお勧めはGrain ProperitesのMaximum CIでの閾値設定です。Spherical indexで再指数していれば0.2以上ぐらいで区切ると良さげです。またPoint PropertiesでIQ値で閾値を設定しておくのも有効です。この他、「VS(Video signal)」では取り込んだSEM像のコントラストで閾値を設けることも出来ます

Cleanupについて



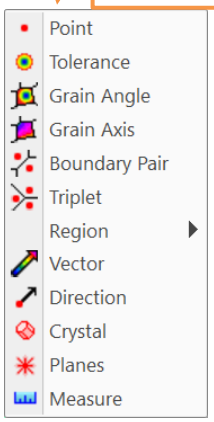
右クリックメニューでCleanupを選択するとGrain Dilation（ノイズのピクセルの指数付けを周囲のCI値の高い方位に置き換える）などのCleanup処理が通常出来ますが、Spherical index法で再指数付けしたデータでは方位の置き換えは使用できません。Grain CI Standardization(粒全体のピクセルのCI値を粒内の最も高いCI値に置き換える)は実施出来ます。Hough index法と異なり、Spherical index法を使用した場合はCleanup処理はほとんど必要ありません

Highlight機能について



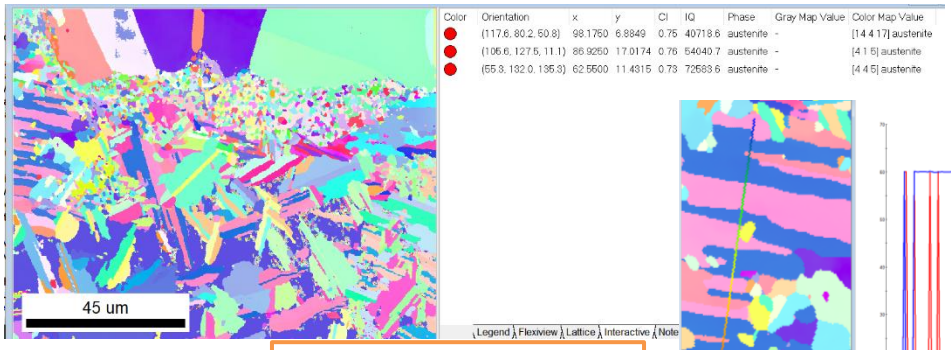
極点図はこっち

詳細メニュー

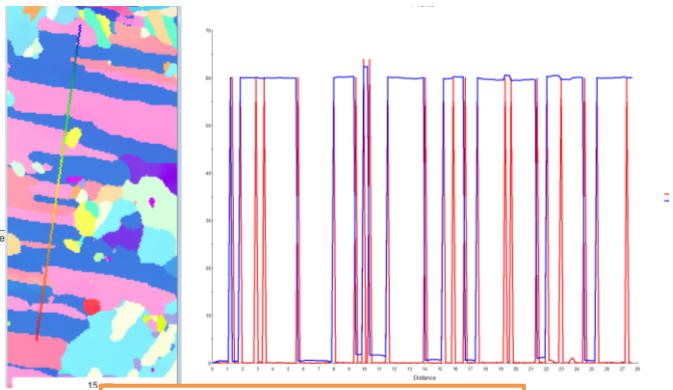


Highlightは、マップやチャートなどのデータから特定のデータ領域を抽出して表示する機能です。マップ、チャート、プロットなどの解析メニュー相互間で関連付けてデータを表示することが出来ます

Point: Recordを☑した上でクリックした1ピクセルのみ方位情報などをinteractiveタブに表示する
Tolerance: クリックしたピクセルの方位から15度以内(Highlighting詳細メニューから変更可)のピクセルをハイライト
Grain Angle: クリックしたピクセルを含む結晶粒内で15度以内をハイライト
Graing Axis: クリックしたピクセルを含む結晶粒内で、そのピクセルの方位との方位差を生み出す回転軸の方向をカラーキーで表示
Boundary Pair: Recordを☑した上で指定した2つのピクセル間の方位差をinteractiveタブに表示する
Triplet: 上と同じで指定された3つのピクセル間の方位差表示
Region: 適当な範囲をハイライト出来る
Vector: 矢印方向の方位差プロファイルを描く。IQ値など他のマップのプロファイルも可
Direction: マップで指定した方位をRecord☑でinteractiveタブに示す
Crystal: クリックしたピクセルの方位を単位胞で示す
Planes: クリックしたピクセルの{001}面(詳細メニューで変更可)の法線を表示
Measure: Record☑でinteractiveタブに指定した長さを表示

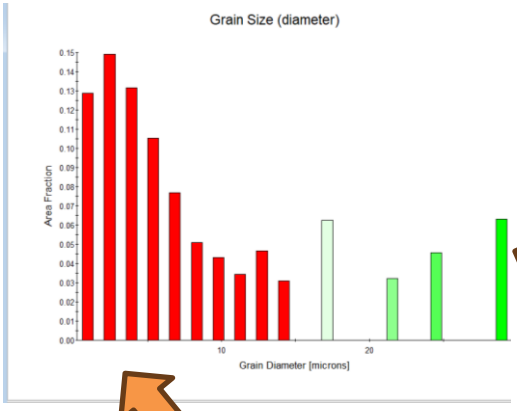


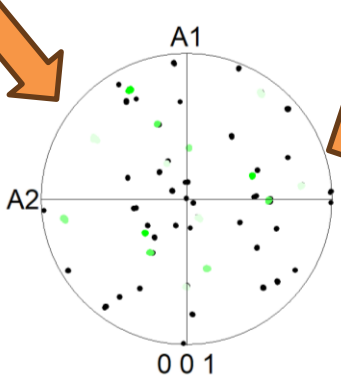
Pointの方位情報のRecord Interactiveタブから見える



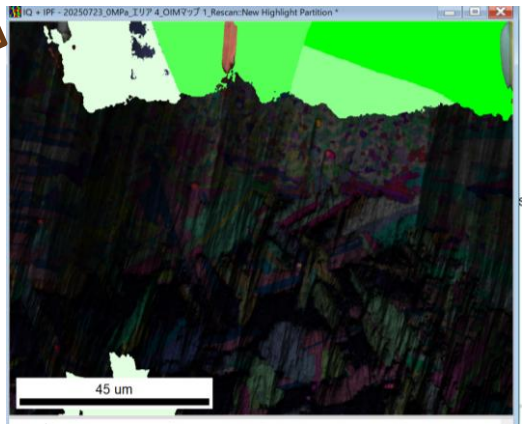
Vectorでの方位差プロファイル

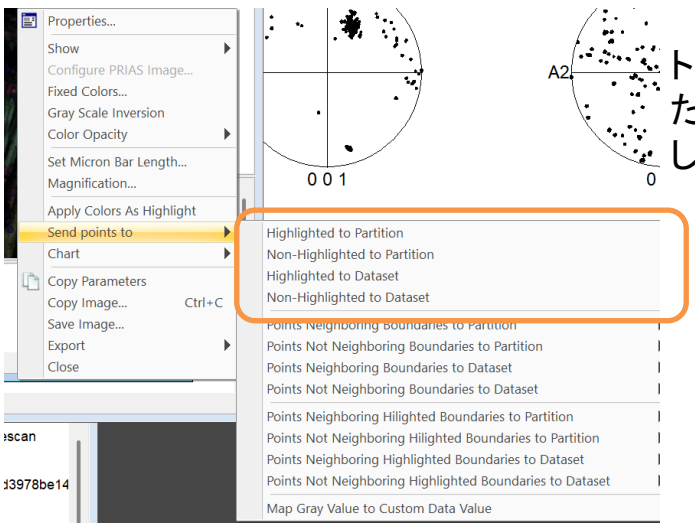
Highlight機能について





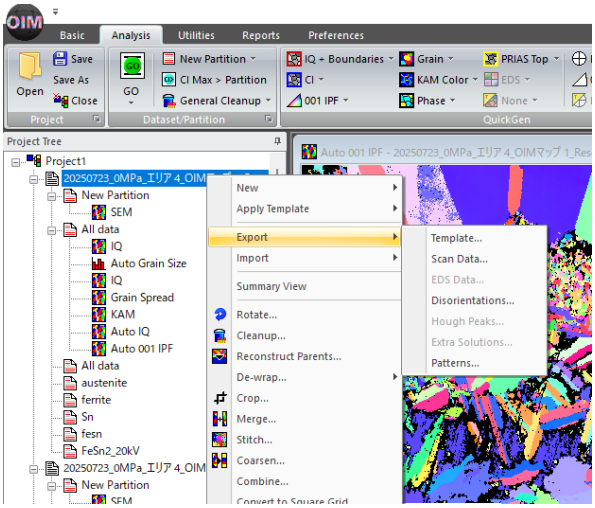
例えばGrain Sizeのチャートで大きい粒だけにハイライトを指定すると、その結晶粒サイズの領域のIPFや極点図に、相互にハイライトを示すことが出来ます。他のチャートやマップでも同様に出来ます

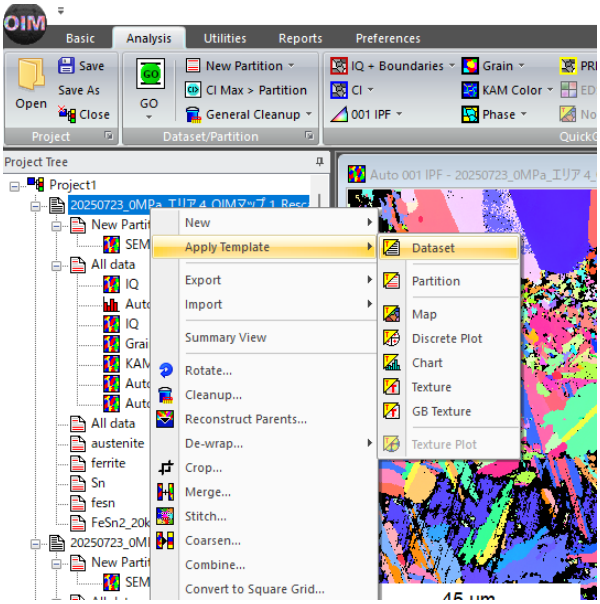


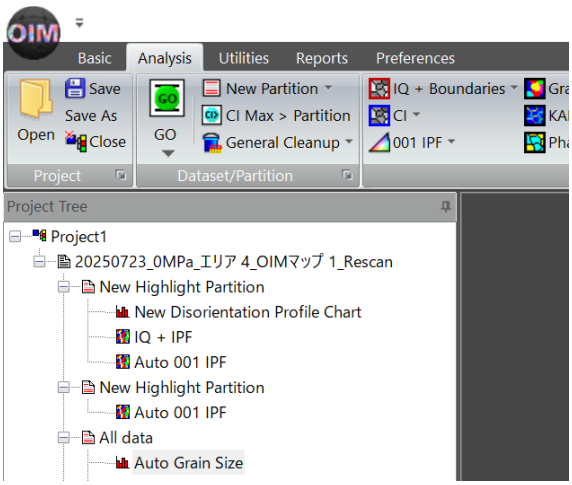


また、右クリックメニューから、ハイライトで指定した領域(または指定しなかった領域)を、新たにPartitionやDatasetとして抽出して保存することも出来ます

Templates機能について







作成するマップやチャートについてある程度決まっている場合は、テンプレートを作っておくと便利です

テンプレートはDatasetのレベル、Partitionのレベル、チャート類などの各作成データのレベルで作成し、呼び出して使用することが出来ます
予めテンプレートとなるマップやチャートなどを作っておいて、右クリックメニュー→Export→Templateを選択し、Datasetレベルであれば[.odt]、Partitionレベルであれば[.opt]、マップやチャートレベルであれば[.omt]や[.oct]で保存してください

作成したテンプレートを、右クリックメニュー→Apply TemplateからDatasetなどを選択してファイルを開くと、一連のデータを全て作成してくれます

またプロジェクトツリー自体の保存は左上のアイコンのSave Asから行って、[.oim]を保存してください。oimファイルを開くことでプロジェクトツリーのデータが全て再開されます